

THESE

présentée devant l'UNIVERSITE de NANTES

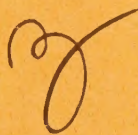
pour obtenir le grade de

DOCTEUR - INGENIEUR

par

Alain DUCOIN

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



ESSAI SUR UNE NOUVELLE METHODOLOGIE DE L'EXPLORATION

DU DOMAINE INTERCRITIQUE DES ACIERS

Soutenue le 4 juillet 1975 devant la Commission d'Examen

M.. GOBIN

Président

M. BOUCHY

M. DABOSI

M.. LE LEC

M. LE MAITRE

M. ROUXEL

} Examineurs

THESE

présentée devant l'UNIVERSITE de NANTES

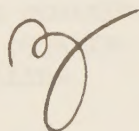
pour obtenir le grade de

DOCTEUR - INGENIEUR

par

Alain DUCOIN

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



ESSAI SUR UNE NOUVELLE METHODOLOGIE DE L'EXPLORATION
DU DOMAINE INTERCRITIQUE DES ACIERS

Soutenue le 4 juillet 1975 devant la Commission d'Examen

M. GOBIN	Président
M. BOUCHY	} Examineurs
M. DABOSI	
M. LE LEC	
M. LE MAITRE	
M. ROUXEL	



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555012_0017

UNIVERSITE DE NANTES

Président : M. SPARFEL - Pharmacie -

Liste des enseignants des disciplines scientifiques :

Professeurs	M. BRILLOUET	Mathématiques
	M. IBISCH	"
	M. PAUC	"
	M. PETRESCO	"
	M. RAFFIN	"
	M. PIRONNEAU (ENSM)	Mécanique
	M. MEZENCEV (ENSM)	Automatique
	M. AVIGNON	Physique
	M. BOULLLOUD	"
	M. COLLET	"
	M. MINN	"
	M. MOUTON	"
	Melle OFFRET (ENSM)	"
	M. GRAFF	Chimie
	M. MARTIN	"
	M. PIERI	"
	M. QUINIOU	"
	M. ROUXEL	"
	M. WOJTKOWIAK	"
Professeurs associés	M. GARRIGUES	Biologie
	Mme LE DOUARIN	"
Professeurs sans chaire	M. LE DOUARIN	"
	M. SELLIER	"
	M. CAVET	Sciences de la Terre
	M. FORESTIER	"
	M. BRARD (ENSM)	Mécanique
	M. FOUQUES	Mathématiques
	M. LEBORGNE	"
	M. GUEVEL (ENSM)	Hydrodynamique
	M. BARDON Roger	Physique
	M. CAILLER (IUT Nantes)	"
	M. GOUREAUX	"
	M. LASKAR	"
	M. LE NAOUR	"
	M. ROSIER	"
	M. CHABANEL	Chimie
	M. POINTEAU (ENSM)	"
	M. TOURNOUX	"
	M. LE LEC (IUT St-Nazaire)	Génie Chimique
	M. BOUCHY (IUT Nantes)	Métallurgie
	M. GOBIN (ENSM)	"

Professeurs sans chaire (suite)	M. DUPONT	Biologie
	M. SAUDRAY	"
	M. OTTMANN	Sciences de la Terre
Maîtres de Conférences	M. DHOMBRES	Mathématiques
	M. DO (ENSEM)	"
	M. GAPAILLARD	"
	M. GATESOUBE	"
	M. LAMEAU (ENSM)	"
	M. PHAN-THE-LAI	"
	M. VOGEL	"
	M. DUBIGEON (ENSM)	Mécanique
	M. VAUSSY (ENSM)	"
	M. GROVEL (IUT St-Nazaire)	Génie Civil
	M. VILAINE (ENSM)	"
	M. SULMONT (ENSM)	Hydrodynamique
	M. de LARMINAT (IUT Nantes)	Automatique
	M. LE CORRE (ENSM)	"
	M. THOMAS (IUT Nantes)	"
	M. ERCEAU (IUT Nantes)	L.I.A.N.A.
	M. BECLE (IUT St-Nazaire)	Physique
	M. DEVELY (IUT St-Nazaire)	"
	M. LE BIHAN	"
	M. LEROY (IUT Nantes)	"
	M. LE MAITRE R.	"
	M. LONCKE	"
	M. LE MAITRE Félix (ENSM)	Technologie et Tech- niques de Production
	Mme MARTIN	Chimie
	M. AMOURIQ	Biologie
	M. LE BRUN	"
	Mme NICOLAS-PRATT	"
	M. NICOLAS	Sciences de la Terre

Secrétaire Général : M. LERAY

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur le Professeur GOBIN de m'avoir accueilli dans son Laboratoire et d'avoir bien voulu accepter la présidence du jury.

Je remercie particulièrement Monsieur le Professeur C. BOUCHY, Directeur de l'Institut Universitaire de Technologie pour l'intérêt constant, les conseils et les encouragements qu'il m'a donnés au cours de l'élaboration de ce travail.

Je remercie également Messieurs les Professeurs DABOSTI, LE LEC, LE MAITRE et ROUXEL d'avoir accepté de participer à la Commission d'examen.

Et je ne voudrais pas oublier dans les remerciements tous les élèves, chercheurs et techniciens qui m'ont aidé, de près ou de loin, dans la réalisation de ce travail.

S O M M A I R E

	Page
INTRODUCTION	1
<u>CHAPITRE 1</u> - RESUME BIBLIOGRAPHIQUE DE QUELQUES TRAVAUX SUR L'AUSTENITISATION	3
1.1 - Modèles d'austenitisation	3
1.2 - Etude des principaux paramètres régissant l'austenitisation	8
1.3 - Diffusion et transformation austenitique	13
<u>CHAPITRE 2</u> - 2.1 - Aciers étudiés	17
2.2 - Traitements thermiques préliminaires	18
2.3 - Techniques expérimentales	18
<u>CHAPITRE 3</u> - METHODE D'EXPLOITATION - PRECISION DE LA METHODE ...	27
3.1 - Principe de dépouillement	27
3.2 - Calcul d'erreur	29
<u>CHAPITRE 4</u> - AUSTENITISATION EN CHAUFFAGE CONTINU	35
4.1 - Tracé des courbes $\zeta = f(\theta)$ et $\frac{d\zeta}{d\theta} = f'(\theta)$	35
4.2 - Analyse des courbes $\frac{d\zeta}{d\theta} = f'(\theta)$	36
4.3 - Analyse micrographique sur l'XC 10	47
<u>CHAPITRE 5</u> - ETUDE DE L'AUSTENITISATION EN MAINTIEN ISOTHERME ...	55
5.1 - Introduction	55
5.2 - Austenitisation et diffusion	56
5.3 - Résultats	59
5.4 - Interprétation des résultats relatifs aux maintiens isothermes	66
CONCLUSION	83
BIBLIOGRAPHIE	87

I N T R O D U C T I O N

"Le but des mesures dilatométriques est de mettre en évidence et d'étudier quantitativement, dans chaque cas particulier, les phénomènes qui interviennent, c'est-à-dire de déterminer les relations qui lient entre elles les trois variables suivantes : température, temps, variation de longueur (ou de volume)".

CIZERON - Techniques de l'Ingénieur - P. 870 (1)

L'exploitation quantitative de ces mesures s'est pratiquement limitée jusqu'ici à la détermination des températures de début et de fin de transformation pour les alliages métalliques : Ac_1 et Ac_3 par exemple dans le cas des aciers hypoeutectoïdes.

Le but de cette étude est de proposer une méthodologie plus rigoureuse d'exploitation des mesures dilatométriques en vue de déterminer le pourcentage de phase transformée ζ en fonction de la température dans les essais en chauffage continu, et en fonction du temps dans les essais isothermes.

L'austenitisation des aciers hypoeutectoïdes servira de support pratique à cette étude, compte tenu de l'intérêt porté actuellement aux traitements thermiques dans le domaine intercritique.

Le traitement mathématique des courbes $\zeta = f(\theta)$ et $\zeta = f(t)$ permettra entre autres de séparer les différents processus de l'austénitisation :

- mise en solution de la cémentite,
- effet de joint,
- croissance normale de l'austenite ;

et surtout de présenter une approche quantitative de ces phénomènes dont la cinétique est complexe.

Chapitre 1

RESUME BIBLIOGRAPHIQUE DE QUELQUES TRAVAUX SUR L'AUSTENITISATION

Par rapport aux très nombreuses études sur la décomposition de l'austenite, seuls quelques auteurs : Sadovskii (2), Leymonie (3), Nehremberg (4), Gridnev(5) etc... ont étudié les différents modes de formation de l'austenite à partir d'aciers de structure et de composition variées.

D'autres, comme Bain et Paxton (6), ont insisté sur l'influence d'un certain nombre de paramètres comme les éléments d'addition, l'état initial, la vitesse d'échauffement, le point de Curie (6).

Les descriptions du processus d'austenitisation sont très souvent qualitatives et les seules approches quantitatives concernent la détermination des points Ac_1 et Ac_3 et parfois le calcul des énergies d'activation dans les cas simples.

1.1 - MODELES D'AUSTENITISATION

D'une manière très générale, on connaît trois mécanismes possibles de la formation de l'austenite (SADOVSKII).

Lorsque l'on part d'une structure d'acier trempé, la transformation austenitique n'est alors qu'une transformation martensitique inverse. Comme l'a montré GOBIN (7), les atomes de carbone ne se déplacent pas et la transformation consiste en un réarrangement à courte distance des atomes de fer. C'est le processus d'austenitisation sans diffusion.

Lors d'un chauffage lent et à partir d'une structure ferrite-cémentite, la diffusion joue obligatoirement un rôle dans la transformation. Un transport de matière est nécessaire pour homogénéiser la structure. Le mécanisme de formation de l'austenite est dit homogène, c'est-à-dire comme le précise BAEYERTZ (8), sans "recristallisation secondaire". Les grains de l'ancienne structure sont conservés et il existe une relation d'orientation entre l'austenite formée et la structure initiale.

Lorsque la vitesse de chauffage est plus rapide, le mécanisme est dit hétérogène. Il y a formation d'austenite par diffusion accompagnée d'une "recristallisation secondaire" correspondant à l'affinage du grain. Un écrouissage préliminaire favorise ce mécanisme.

La plupart des traitements thermiques industriels sont conditionnés par ce mécanisme hétérogène.

Si la vitesse de transformation devient très rapide, le grain ne se transforme plus. L'affinement du grain par traitement thermique est conditionné par des vitesses intermédiaires.

1.1.1 - RÉSULTATS STATISTIQUES

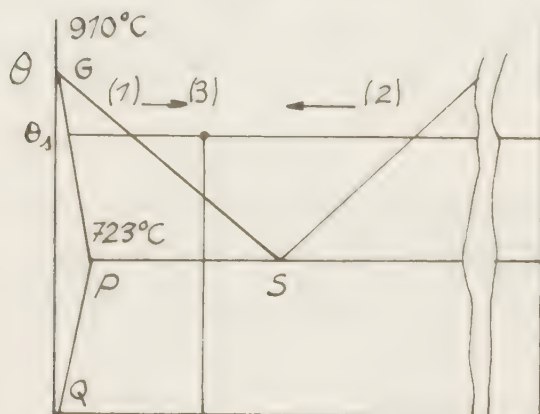


figure 1
diagramme Fe - Fe₃C

Au-dessous de Ac_1 , l'acier est composé d'un mélange de deux phases : ferrite et cémentite.

Si on porte l'acier à une température θ_1 , supérieure à Ac_1 , la cémentite en contact avec la ferrite n'est plus en équilibre.

La décomposition de la cémentite entraîne la libération d'atomes de carbone qui favorise le passage du réseau CC du fer α au réseau CFC correspondant au fer γ .

Le système sera dans l'état suivant :

cémentite / Austenite en contact avec la cémentite / Austenite en contact avec la ferrite / ferrite

L'austenite est donc très hétérogène au départ et les valeurs extrêmes des concentrations en carbone resteront constantes tant que la totalité de la cémentite ne sera pas dissoute.

Simultanément, θ_1 étant supérieur à Ac_3 , la ferrite se transforme en austenite de teneur en carbone très faible qui reste constante à l'interface ferrite/austenite tant que la ferrite n'est pas entièrement transformée.

Finalement, on obtient une austénite hétérogène dont les teneurs en carbone peuvent varier entre (1) et (2) sur la figure 1, austénite dont la teneur moyenne tendra après maintien vers (3).

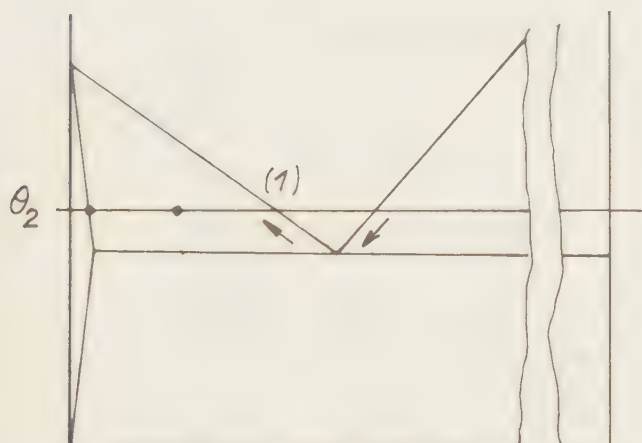


figure 2
diagramme Fe - Fe₃C

Dans le cas d'un maintien à la température θ_2 comprise entre Ac_1 et Ac_3 , la mise en solution de la cémentite à l'interface austénite / Fe_3C suit le processus décrit précédemment.

On obtiendra assez rapidement une austénite à 0,8 % de carbone dans les plages initialement perlitiques.

La transformation se poursuit par croissance de l'austénite au détriment de la ferrite proeutectoïde jusqu'à obtention d'une teneur en carbone dans l'austénite correspondant aux conditions d'équilibre (1) de la température θ_2 .

1.1.2 - Modèle BOUCHY

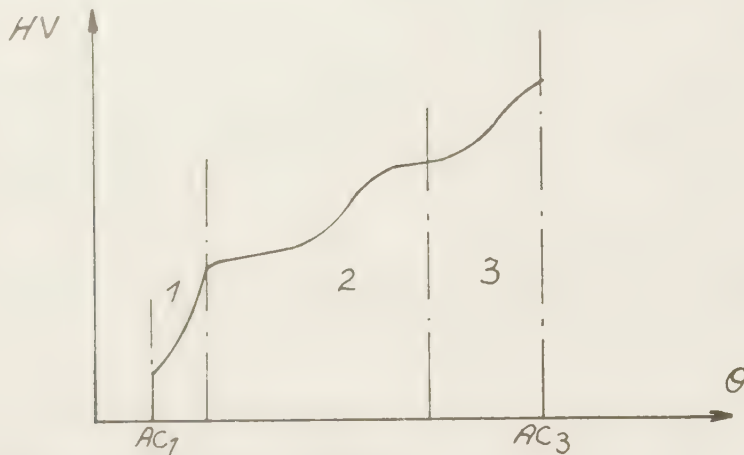
L'austenitisation peut se décomposer en 3 étapes :

- a - formation de la phase durcie (germination aux interfaces ferrite cémentite à partir des plages perlitiques)
- b - zone intermédiaire (germination aux joints des grains) ;
- c - croissance normale de l'austénite.

La première étape concernant la formation de la phase durcie se traduit par une montée rapide de la dureté, indice d'un phénomène de germination et croissance. Cette croissance est arrêtée par les points délimitant les plages initialement perlitiques et ferritiques.

La 2ème étape, récession de la ferrite et peut-être restauration de la phase durcie, se traduit par une diminution de la dureté suffisante pour contre-balancer la croissance de la phase durcie.

La 3ème étape concerne uniquement la croissance normale de l'austenite. L'augmentation de dureté est beaucoup plus progressive.



1.1.8 - Etude des Forges et Ateliers du CREUSOT (9)

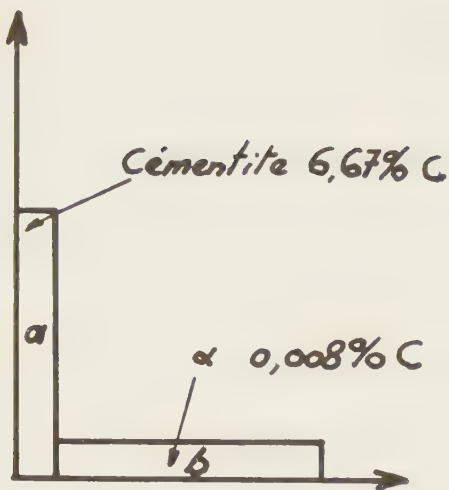
A partir d'une structure ferrito-perlitique, la formation de (9) l'austenite comprend deux phases :

a) Germination et croissance dans les plages perlitiques

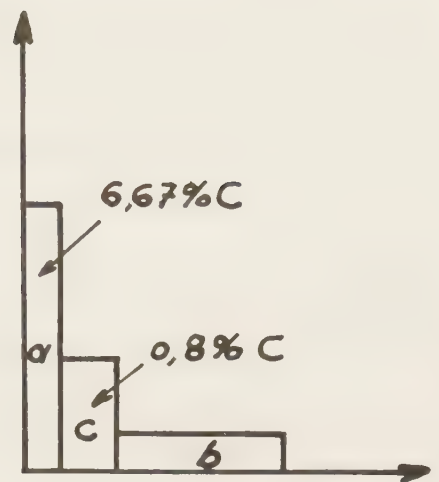
L'interface $\alpha - Fe_3C$ n'est plus en équilibre, il y a réaction entre ces 2 constituants et croissance d'une nouvelle phase que certains auteurs appellent "phase austenitique durcie". Cette phase serait c.f.c et serait constituée par de l'austenite à teneur eutectoïde.

b) Croissance normale

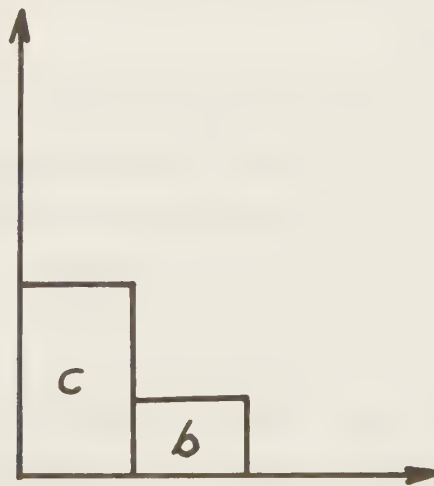
L'austenite formée se développe aux dépens des plages ferritiques pour atteindre l'équilibre. Au cours d'un maintien à une température supérieure à A_3 , la fin de l'austenisation est suivie d'une diffusion du carbone jusqu'à ce que l'homogénéisation de l'austenite soit effective. Dans le cas d'un maintien entre A_1 et A_3 , cette phase a lieu au cours de l'austenitisation. En effet, dans ce cas, la poursuite de la transformation est conditionnée par un déséquilibre de la teneur en carbone de l'austénite, à l'interface ferrite austenite par rapport à la teneur d'équilibre à une température donnée. Il doit donc y avoir homogénéisation des teneurs dans l'austénite formée pour que la transformation puisse se poursuivre. Les schémas suivants, donnés dans une étude de la S. F. A. C, visualisent les phénomènes au cours d'un maintien intercritique.



1. Etat initial
Interface $\alpha/\text{Fe}_3\text{C}$



2. Début de Transformation
interface $\text{Fe}_3\text{C}/\delta 0,8/\alpha$



3. 2^{ème} phase interface δ/α

α - Cémentite
 b - Ferrite
 c - Austénite

Modèle d'austénisation . (Etude bibliographique S.F.A.C 101)
Fig. 4

1.1 - ETUDE DES PRINCIPAUX PARAMETRES REGISSANT L'AUSTENITISATION

1.1.1 - Influence de l'élément d'addition

1.1.1.1 - Répartition des éléments d'addition

Dans un acier austenitisé, les éléments d'addition peuvent se rencontrer sous 3 formes, d'après Bain et Paxton (6) :

- en solution dans l'austenite,
- combinés sous forme de carbures,
- combinés dans des inclusions non métalliques.

Par chauffage dans le domaine intercritique, en plus des 3 formes précédentes, on trouve des éléments d'addition présents dans la ferrite qui subsiste à l'équilibre. Les teneurs respectives en éléments présents dans l'acier sous chacune des formes dépend des solubilités dans les phases ferritiques et austénitiques d'une part, de la stabilité des carbures d'autre part.

En effet, si dans un acier non allié il suffit de passer Ac_3 pour avoir dissous tous les carbures (Fe_3C seulement), il n'en va pas de même dans le cas des aciers alliés. Il est parfois nécessaire de porter l'acier à très haute température. Cela est lié à la faible diffusivité de certains éléments d'addition et à leur grande affinité pour le carbone.

Les conséquences pour l'austenitisation de l'acier sont évidentes. Une partie du carbone étant fixée sous forme de carbures ou de composés insolubles, le comportement de l'acier au cours du chauffage sera celui d'un acier contenant le carbone initial moins le carbone fixé.

De plus, le problème pourra se compliquer si l'élément d'addition considéré présent en solution dans la ferrite et dans l'austenite, a une influence sur la cinétique de formation de cette dernière.

On peut prévoir que les éléments d'addition agiront dans 2 sens :

- en modifiant la stabilité de la cémentite alliée présente dans l'acier c'est-à-dire en facilitant ou en retardant sa décomposition.

- L'élément d'addition devra diffuser pour donner une austenite homogène soit, à partir de la cémentite décomposée, soit à partir de la ferrite qui se transforme en austenite. Il est donc certain que la cinétique de la transformation austénitique sera affectée par les éléments d'addition présents même en faible quantité dans l'acier, de la même manière qu'ils modifient les courbes de refroidissement TTT ou TRC.

1.2.1.2 - Influence sur les points de transformation

Cette influence est principalement liée à la propriété des éléments d'addition de stabiliser soit la ferrite soit l'austenite.

Il est intéressant de regarder l'évolution de A_1 et A_3 ainsi que celle de la teneur en carbone, et de la température du point eutectoïde.

Ces évolutions sont données par les figures 5 et 6 (6). On constate que pour de faibles teneurs, l'action du nickel est peu importante. Celle du chrome, quoique plus importante légèrement, n'est pas suffisante pour amener un déplacement important des différentes lignes et point du diagramme d'équilibre. En chauffage rapide cependant, nous pouvons prévoir une modification de l'hystérésis plus importante que le déplacement des lignes A_1 et A_3 du diagramme d'équilibre.

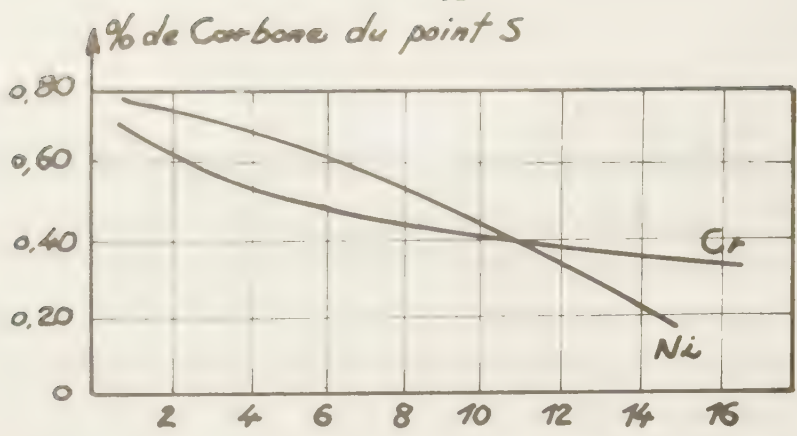
1.2.2 - Influence de l'état initial

1.2.2.1 - Influence de la structure

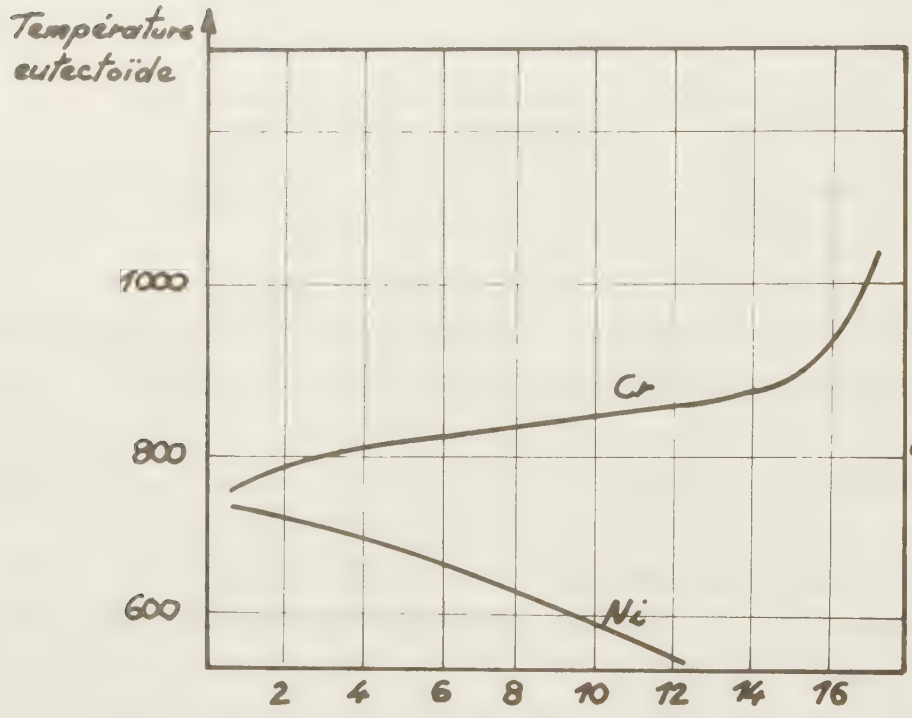
D'une façon générale, 2 cas sont à envisager :

- structures type martensitique, où le carbone se trouve en insertion et où donc, il n'y a pas de carbures. L'austenite, dans ce cas, se forme par un phénomène de trempe inverse.
- structures à carbures où l'austenite se forme à partir d'une germination à l'interface ferrite-carbure.

BAEYERTZ a étudié l'influence de la forme sous laquelle se trouve les carbures sur l'austénitisation sur 3 états initiaux :



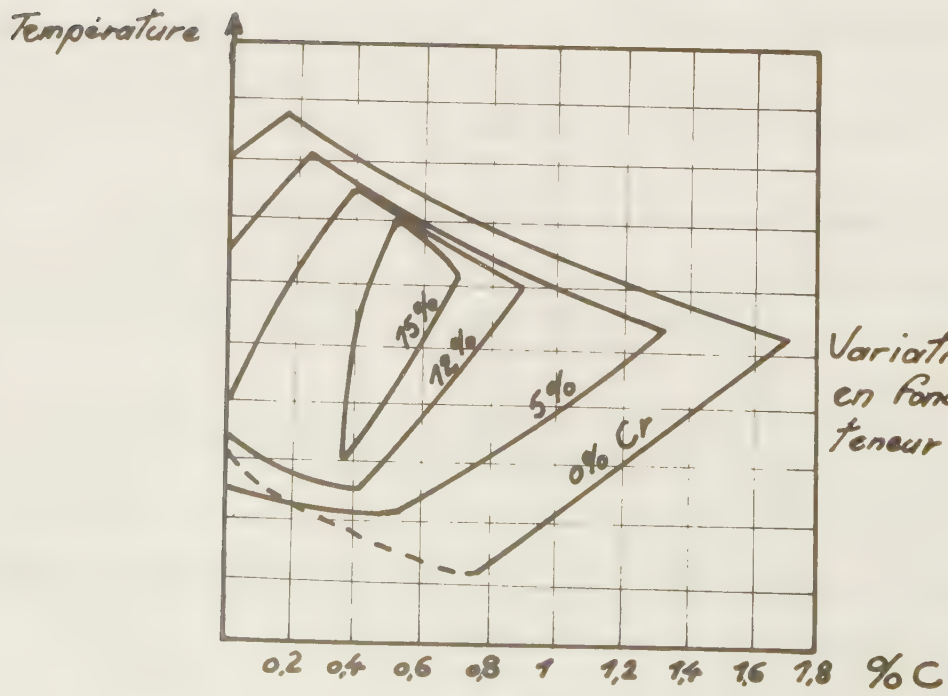
Teneur en élément d'addition



Variations du point eutectoïde en fonction de la teneur en élément d'addition

Teneur en élément d'addition

Fig. 5



Variations du domaine γ en fonction de la teneur en chrome

Fig. 6

- perlite lamellaire,
- perlite globulaire,
- structure dendritique (WIDMANSTATTEN).

Il a montré que :

- Dans une perlite lamellaire, l'austenite qui se développe à l'interface ferrite-cémentite tend à se mettre sous la forme de grains allongés dans la direction des lamelles de la perlite et que, finalement, les grains d'austenite formés prennent la forme des anciennes plages perlitiques. La croissance est ensuite plus difficile à travers la ferrite.
- Dans une perlite globulaire, l'austenite se forme autour des nodules de cémentite. Cette austenite est équiaxe.
- Dans une structure dendritique, l'austenite se forme en premier lieu dans les régions interdendritiques qui possèdent le plus bas Ac_1 . Ces régions contiennent peu de sulfure.

1.2.2.2 - Influence de la grosseur du grain

Sur la figure (7) ont été tracées 2 courbes : % de carbures non dissous en fonction du temps pour 2 grosseurs de grains différentes. Il ne semble pas y avoir de différence très significative. On peut dire qu'une structure à grain grossier a une vitesse d'austenitisation un peu inférieure à celle d'une structure à grain fin.

BAIN, PAXTON et VILLELA (6) ont étudié l'austenitisation d'aciers globulisés contenant 1 % et 0,2 % de carbone. Les échantillons étudiés, de petite dimension, étaient plongés dans un bain de plomb si bien que l'on pouvait considérer que la mise en température était instantanée. Leur étude aboutit au tracé de la courbe : carbure non dissous en fonction du temps de maintien (figure 7).

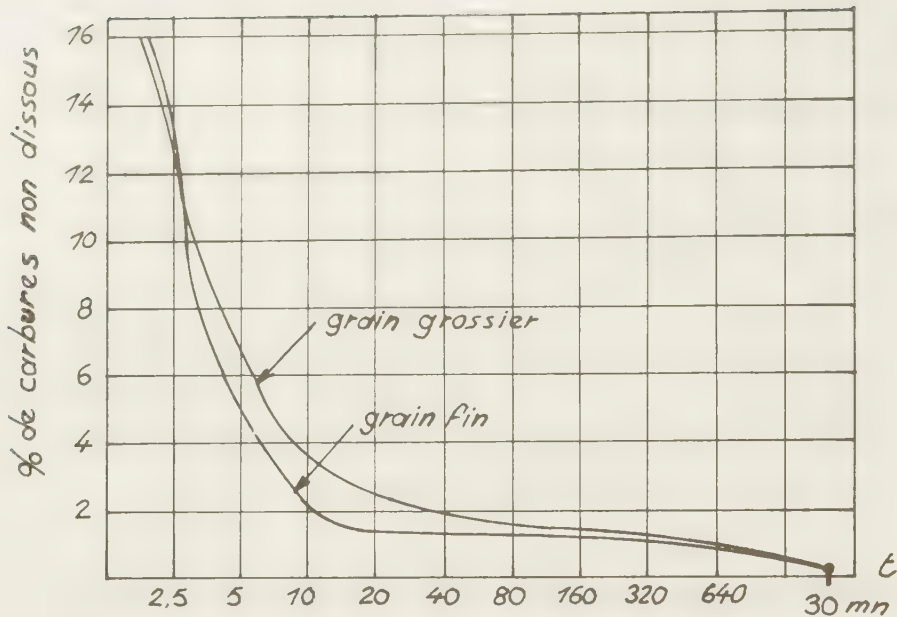


figure 7
Acier à 1 % de C

Cette étude donne des indications précieuses sur la cinétique de la transformation $\alpha + \text{Fe}_3\text{C} \rightarrow \gamma$. On peut distinguer 3 temps : incubation, puis une période où il y a dissolution rapide des carbures et ensuite une approche lente de l'équilibre.

1.2.3 - Influence de la vitesse de chauffage

Le problème se pose de façon différente suivant que l'on effectue une austénitisation par chauffage continu ou bien isotherme.

1.2.3.1 - Austénitisation par chauffage continu

Outre l'influence sur le mode même de formation de l'austénite que nous avons déjà signalé (mécanisme homogène, hétérogène), la position des points Ac_1 et Ac_3 est directement liée à la vitesse de chauffage.

1.2.3.2 - Maintien isotherme

Dans ce cas, le problème est de déterminer le moment auquel l'échantillon atteint la température de maintien θ . Si cette température est nettement supérieure à A_1 , l'austénitisation commencera avant que

l'échantillon ne soit en équilibre thermique. Le problème peut être résolu par l'emploi de bains métalliques et d'échantillons suffisamment petits.

En l'absence de ces conditions, un certain nombre de corrections seront nécessaires pour tirer des résultats valables des expériences réalisées en isotherme.

1.2.4 - Influence du point de CURIE de la ferrite

Il a été prouvé en particulier par R. J. BORG et C. E. BIRCHENALL et D.Y. LAI (18) (19), que le ferromagnétisme avait une influence sur l'autodiffusion du fer α ainsi que sur la diffusion dans le fer α d'éléments tels que Ni, Au, Co.

1.3 - DIFFUSION ET TRANSFORMATION AUSTENITIQUE

1.3.1 - Equations de FICK

"La diffusion est un transport de matière activé thermiquement".

FICK s'est inspiré de la théorie sur le transfert de chaleur : il a supposé que le flux d'une sorte d'atome est proportionnel au gradient de concentration, de la même façon que le flux de chaleur est proportionnel au gradient de température.

Pour un flux unidirectionnel suivant ox , à travers une surface unité, on a :

$$J_x = - D \frac{\partial c}{\partial x} \quad (1)$$

$\frac{\partial c}{\partial x}$ représente bien le gradient de concentration suivant l'axe ox .

D est le coefficient de diffusion.

L'équation (1) est l'expression de la première loi de FICK. Elle est valable pour un système binaire et isotrope, diffusant suivant un axe.

La seconde loi de FICK découle de la première. On considère que la vitesse d'accumulation de l'élément diffusant dans un volume élémentaire est égal à la différence entre le flux entrant et le flux sortant.

$$\text{Soit : } \frac{\partial c}{\partial t} dx = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial c}{\partial x} \right) dx$$

Si D = constante :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (2)$$

La résolution de cette équation différentielle suppose que l'on se donne des hypothèses supplémentaires fonctions, en particulier, des conditions aux limites du problème à résoudre.

1.3.2 - Résolution de la 2ème équation de FICK

Dans le cas d'un régime variable, avec de plus D = constante et si, de plus, on peut considérer que la concentration à l'interface reste constante, la résolution fait appel à l'intégrale de probabilité ou fonction de GAUSS :

$$\Phi\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{Dt}}} e^{-\lambda^2} d\lambda$$

La solution, établie par WHIPPLE, est la suivante :

$$\frac{C - C_o}{C_s - C_o} = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{Dt}}} e^{-\lambda^2} d\lambda \quad (3)$$

Dans cette équation :

C = concentration à la distance x_1 au temps b,

C_o = concentration initiale de la zone dont on étudie la diffusion,

C_s = concentration à l'interface (C_s = constante).

Nous pouvons faire les remarques suivantes :

- les deux membres de l'équation (3) sont sans dimension ;
- en chaque point de la zone dont on étudie la diffusion, la concentration initiale est C_0 ; à l'instant t , pour un point situé à x , elle est C et $C \rightarrow C_s$ quand $t \rightarrow \infty$.

On a, en effet, pour $t \rightarrow \infty$:

$$\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \rightarrow 0 \quad \text{et} \quad \int_0^{\infty} = 0 \quad \text{d'où} \quad : \quad \frac{C - C_0}{C_s - C_0} \rightarrow 1 \quad C \rightarrow C_s$$

1.3.3 - Variation du coefficient de diffusion D en fonction de la température

D varie en fonction de la température absolue suivant une loi du type exponentielle :

$$D = D_0 e^{-\frac{Q}{RT}}$$

D_0 = facteur de fréquence (cm^2/s)

Q = énergie d'activation de la diffusion

T = température absolue

Le tableau suivant (d'après C.J.S QMITHELLS dans le DE SY) donne quelques valeurs expérimentales de D_0 et Q se rapportant au système Fe - C

:	:	:	:	:
:	: Élément diffusant :	: D_0 en cm^2/s :	:	: Q :
:	:	:	:	: cal/mole :
:	-----	-----	:	-----
: Ferrite α :	autodiffusion :	2 300 :	:	73 200 ($0,30 \cdot 10^6$ J/mole) :
:	:	:	:	:
: Austénite γ :	" :	5,8 :	:	74 200 ($0,31 \cdot 10^6$ J/mole) :
:	:	:	:	:
: Ferrite α :	C :	0,02 :	:	20 100 ($0,08 \cdot 10^6$ J/mole) :
:	:	:	:	:

Ce tableau donne les valeurs de D_0 et Q . La solubilité du carbone dans α est faible et donc la teneur en carbone de la ferrite est pratiquement sans influence sur D . Mais cette faible solubilité entraîne une grande difficulté pour la mesure de D . En effet, les écarts de concentration sont faibles et donc difficiles à mettre en évidence. La méthode de VAN OSTRAND-DEWEY consiste à utiliser comme couple de diffusion le système ferrite perlite. On détermine la teneur en carbone pour différentes valeurs de x . On en déduit D par la formule.

La diffusion des atomes de carbone, aussi bien dans le fer α que dans le fer δ est intersticielle. La vitesse de diffusion du carbone dans le fer α est cependant sensiblement 100 fois plus grande que dans le fer γ à température égale. D'autre part, en ce qui concerne la diffusion du carbone dans le fer γ , ou la solubilité atteint 1,7 %, D dépend fortement de la concentration en carbone ainsi que l'énergie d'activation.

Ceci a été étudié par C. WELLS, W. BATZ et R. F. MEHL et est résumé sur les deux figures suivantes :

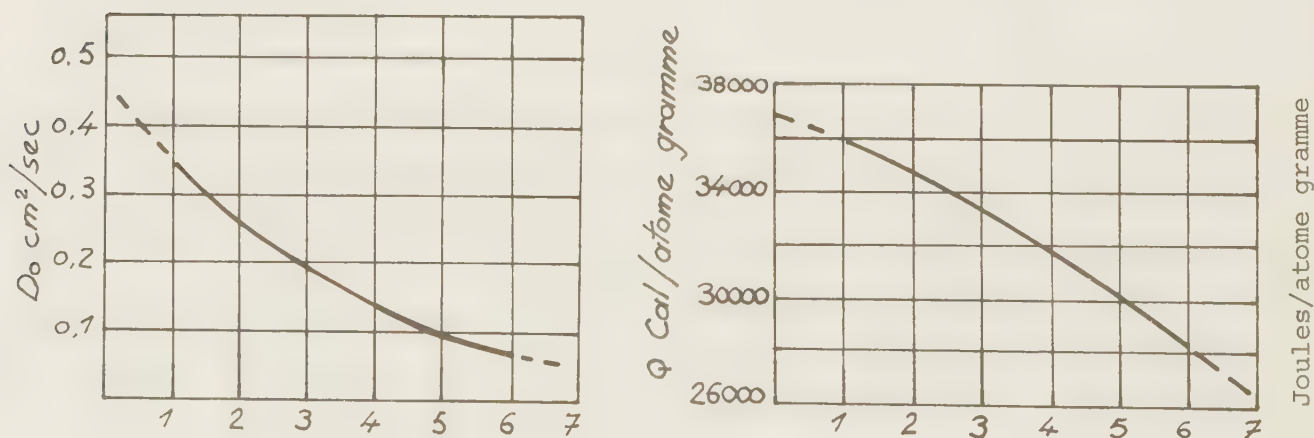


figure 8

Variation de D_0 et Q en fonction du pourcentage en carbone

Chapitre 2

- ACIERS ETUDIES
- TRAITEMENTS THERMIQUES PRELIMINAIRES
- TECHNIQUES EXPERIMENTALES

2.1 - ACIERS ETUDIES

Nous avons retenu des aciers hypoeutectoïdes à faible teneur en carbone, le domaine A_1A_3 étant d'autant plus étendu que la teneur en carbone est plus faible.

Notre choix s'est fixé sur les nuances non alliées XC 10 - XC 18 - XC 38 et sur la nuance au nickel-chrome : 10 NC 6. Ce dernier acier étant destiné à étudier l'influence d'éléments d'addition sur la cinétique de la transformation dans les aciers du type nickel-chrome.

Les compositions chimiques de ces quatre aciers sont données dans le tableau (1) (moyennes de deux essais menés en parallèle pour chaque nuance).

	: XC 10	: XC 18	: XC 38	: 10 NC 6
: Carbone	: 0,087	: 0,177	: 0,368	: 0,102
: Silicium	: 0,21	: 0,16	: 0,31	: 0,28
: Manganèse	: 0,55	: 0,53	: 0,57	: 0,82
: Soufre	: 0,022	: 0,029	: 0,029	: 0,008
: Chrome	: 0,18	: 0,20	: 0,10	: 1,10
: Nickel	: 0,15	: 0,32	: 0,11	: 1,36

Tableau 1

Composition chimique des aciers étudiés (Laboratoire du CETIM de NANTES)

Les échantillons aussi bien pour la dilatométrie que pour l'examen micrographique et la dureté ont été tirés de barres laminées Φ 10 (XC 10, XC 18, XC 38) et Φ 16 (10 NC 6).

2.2 - TRAITEMENTS THERMIQUES PRELIMINAIRES

Les barres laminées sont livrées à l'état recuit normalisé. Nous avons effectué après usinage un détentionnement à une température de 600°C, destiné à faire disparaître les contraintes d'usinage. Le temps de maintien a été de 1/2 h, le refroidissement étant ensuite effectué à l'air calme.

Les micrographies des aciers après traitement sont données à la planche 1.

On a, dans le cas de XC 10, de l'XC 18 et de l'XC 38 une structure perlite lamellaire plus ferrite proeutectoïde.

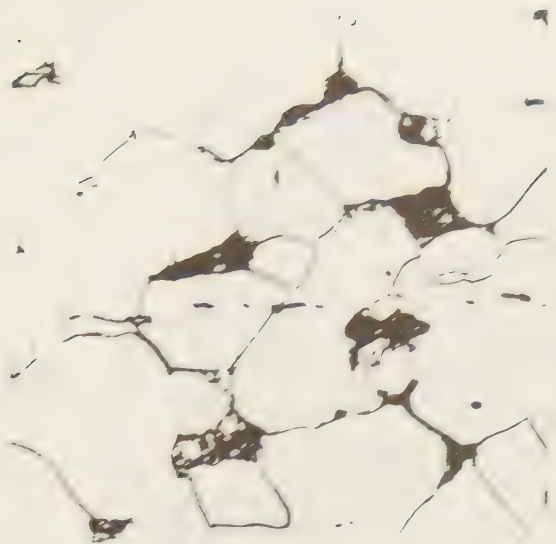
Le 10 NC 6 présente une structure perlite coalescée plus ferrite proeutectoïde.

2.3 - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

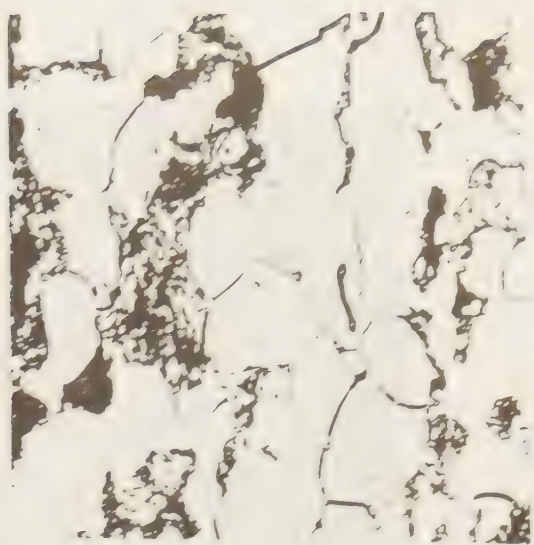
2.3.1 - Dilatométrie

Les essais dilatométriques ont été réalisés à l'aide d'un dilatomètre absolu fonctionnant en vertical. Le schéma de l'appareillage est reproduit sur la planche (2). La planche (3) donne deux vues du dispositif expérimental.

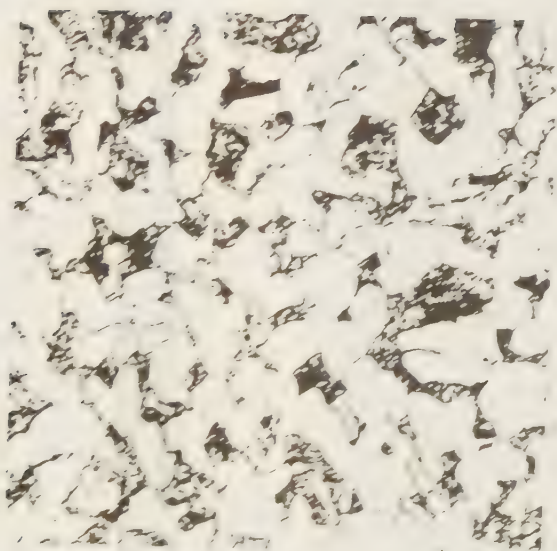
La dilatation de l'éprouvette est mesurée à l'aide d'un capteur de déplacement à induction (A). La tension de sortie du système capteur et de son système alimentation, est envoyée à l'entrée Y d'un enregistreur type XY. Sur l'entrée X de cet enregistreur est envoyée, soit la température θ (courbe $\Delta l = f(\theta)$) soit une base de temps interne à l'enregistreur (courbe $\Delta l = f(t)$).



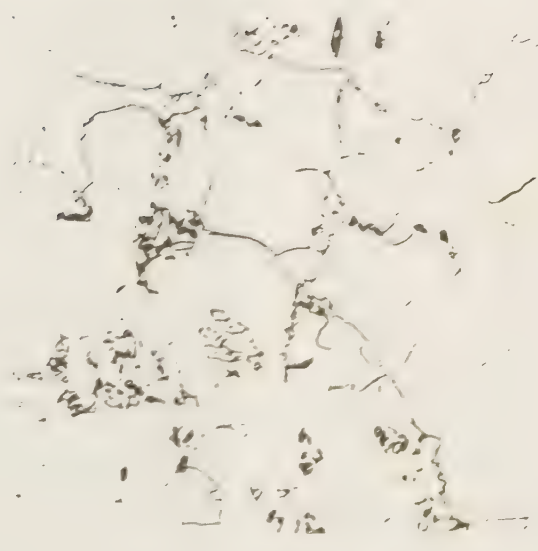
Mi₁ XC 10



Mi₂ XC 18

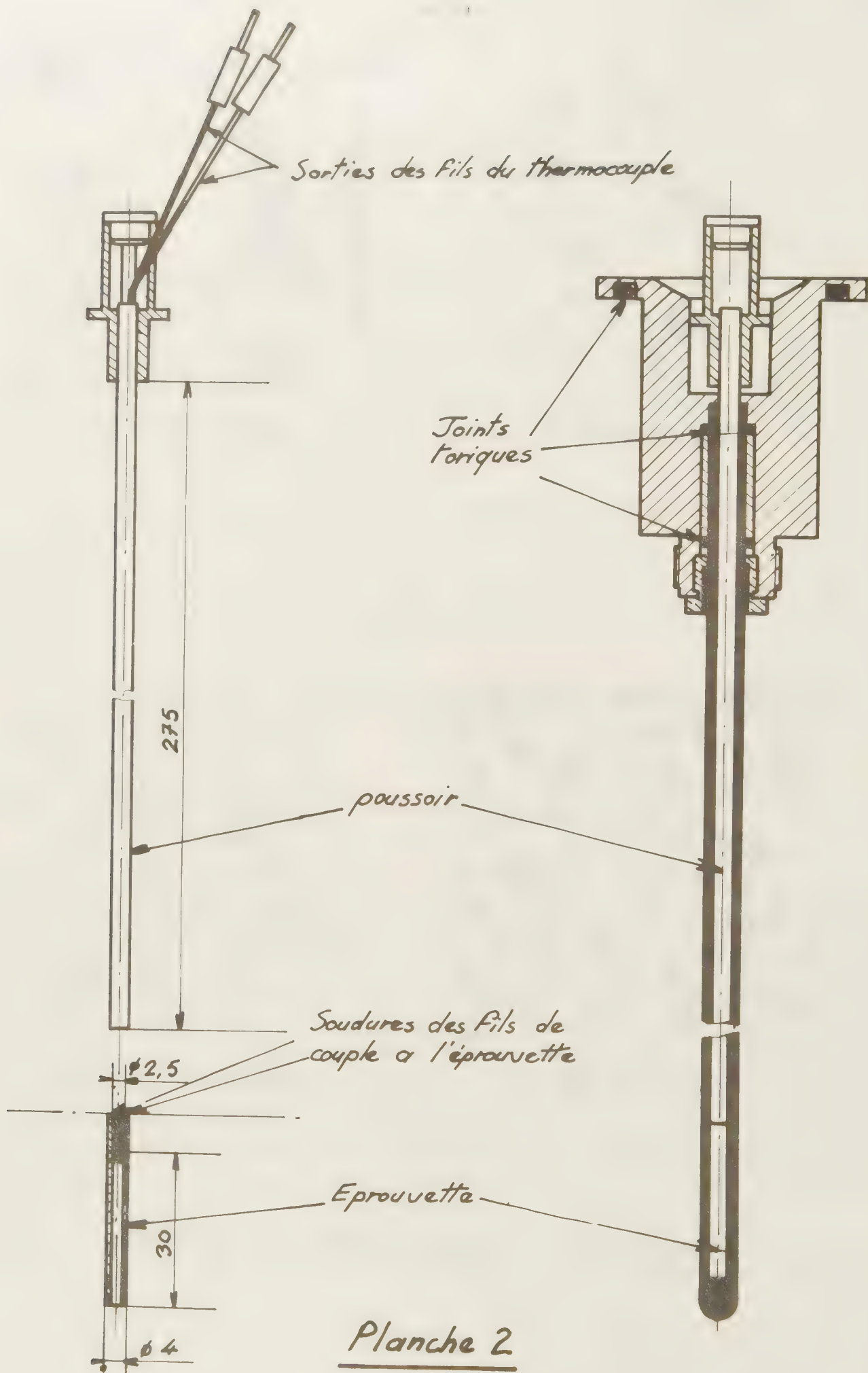


Mi₃ XC 38



Mi₄ 10 NC 6

Planche 1 - *Etats initiaux g x 1000*



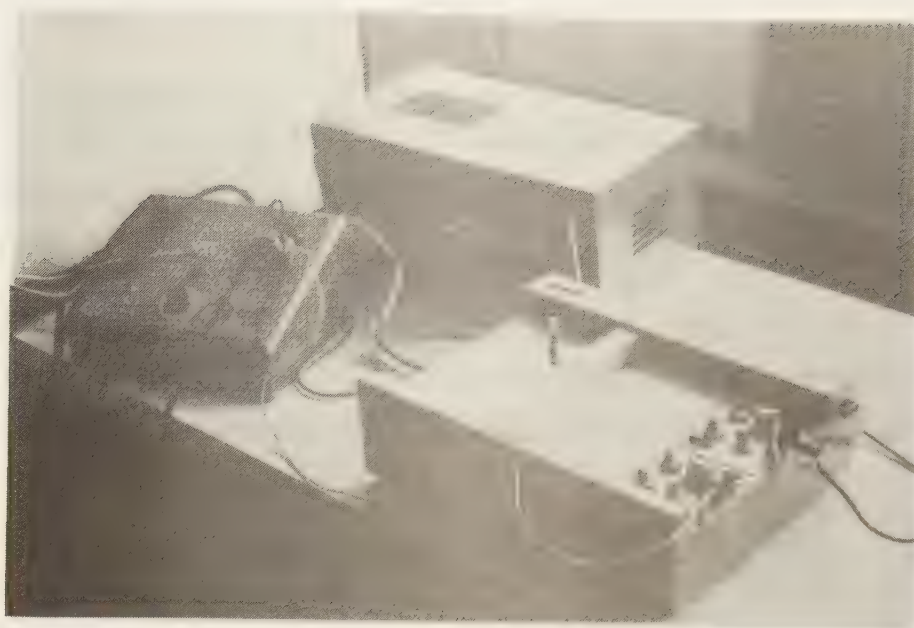


Planche 3

L'appareillage est conçu de telle façon que l'éprouvette dilatométrique se trouve dans un volume d'air très faible et non susceptible de se renouveler. L'oxydation est donc négligeable comme le confirme l'aspect des éprouvettes après expérience.

Cette observation vaut tant pour les expériences en chauffage continu où le temps de passage aux températures hautes est très faible que pour les expériences en isotherme où la température la plus haute est 817°C.

2.3.1.1 - Essais en chauffage continu

L'éprouvette est introduite dans le four à température ambiante. Le chauffage a lieu à vitesse constante jusqu'à la fin de l'austenitisation.

2.3.1.2 - Essais isothermes

Les échantillons sont introduits dans le four que l'on fait régler au préalable à la température choisie pour le maintien isotherme : θ .

Nous avons tracé les courbes $\Delta l = f(t)$, en prenant comme origine des temps l'instant où les éprouvettes sont introduites dans le four. Pour connaître la loi d'échauffement de l'éprouvette, nous avons enregistré en même temps la courbe $\theta = f(t)$.

Un problème s'est posé pour fixer la température du maintien isotherme. En effet, si on fait régler le four à la température θ choisie, l'ensemble des opérations nécessaires à la mise en place de la canne contenant l'éprouvette à l'intérieur du four, provoque toujours une modification du réglage et de l'équilibre thermique final entraînant des variations pouvant atteindre $\pm 5^\circ\text{C}$. Aussi la température qui doit être prise en compte ne peut être mesurée qu'en cours d'expérience, le réglage initial ne pouvant être qu'approximatif.

Le temps de maintien isotherme a été choisi de 5 000 secondes, temps au bout duquel l'équilibre peut être considéré comme atteint quelque soit la température.

2.3.1.3 - Mesure de la montée en température de l'éprouvette (maintien isotherme)

Nous avons enregistré la courbe de montée en température de l'éprouvette pour un certain nombre de températures d'introduction. Cela nous a fourni un abaque permettant de connaître la température de l'éprouvette pour un temps de maintien donné t , ce qui est nécessaire pour les courts où l'équilibre n'est pas atteint. Cet abaque est donné à la planche 4.

Par exemple, au bout de deux minutes d'introduction à 790°C, la température de l'éprouvette est 750°C.

On remarque que l'on peut considérer que la température est stabilisée au bout de cinq minutes (à 3°C près).

La planche 5 donne, d'une part, la courbe du temps mis par l'éprouvette pour atteindre la température de 700°C (température de référence) en fonction de la température d'introduction et, d'autre part, la température de l'éprouvette au bout d'un temps de 1 mn, 2 mn.... 5mn, en fonction de la température d'introduction.

2.3.2 - Essais complémentaires

Ces manipulations ont pour but de recouper les essais dilatométriques. La trempe figeant le mélange de phase existant à la température θ , l'observation micrographique est ainsi rendue possible.

Les échantillons ont été choisis de telle sorte que les conditions d'échauffement soient comparables à celles d'une éprouvette dilatométrique. Ce sont des disques Φ 10 ayant 3 mm d'épaisseur.

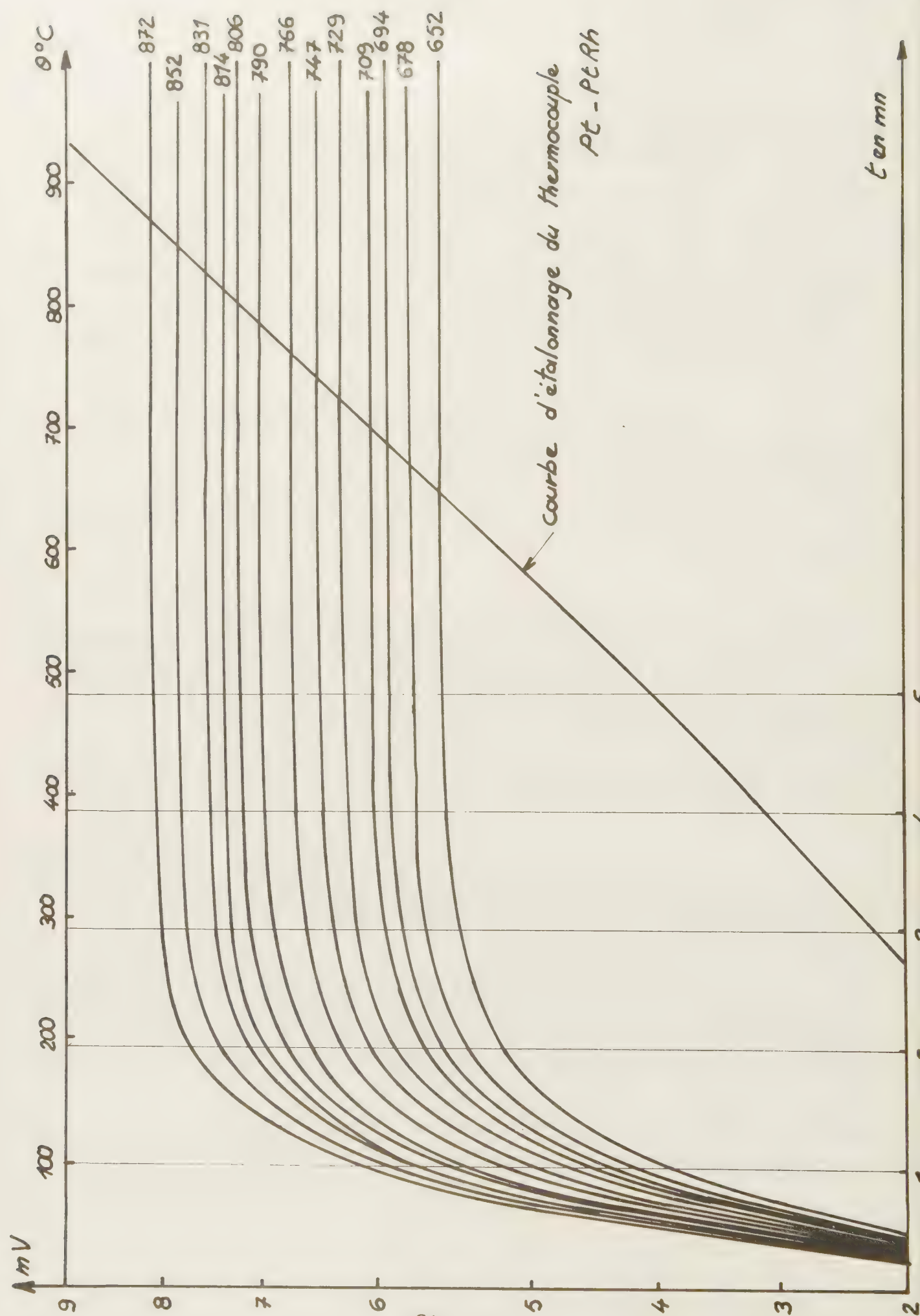


Planche 4



θ

Equations des droites $\theta = a\theta_1 + b$

- + 5 mn : $\theta = 1,01\theta_1 - 11$
- 4 mn : $\theta = 1,016\theta_1 - 18,6$
- 3 mn : $\theta = 1,04\theta_1 - 44,5$
- △ 2 mn : $\theta = 1,08\theta_1 - 104$
- 1 mn : $\theta = 1,18\theta_1 - 311$

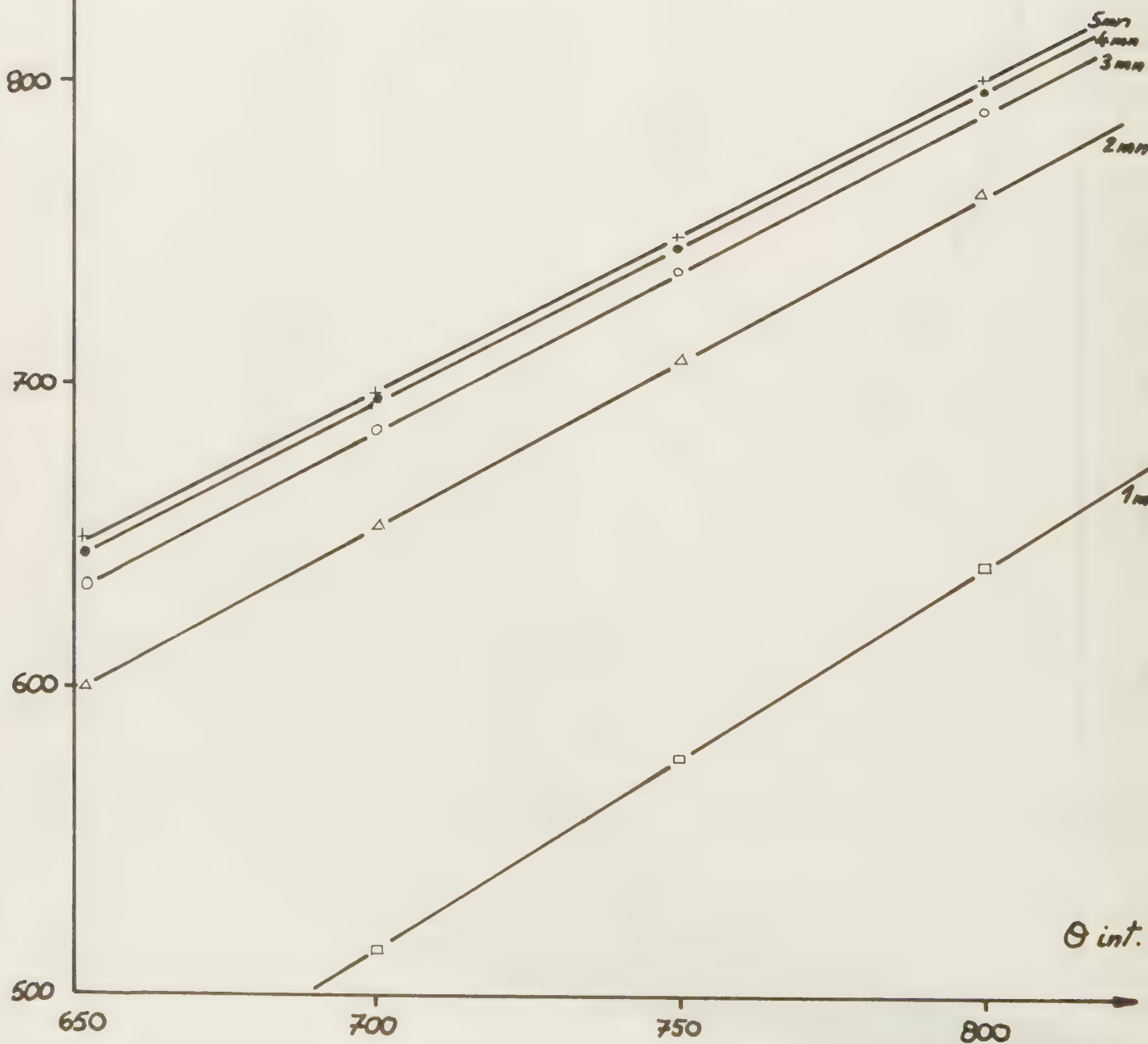
 $\theta_{int.}$

Planche 5

Chapitre 3

- METHODE D'EXPLOITATION DES COURBES DILATOMETRIQUES

- PRECISION DE LA METHODE

3.1 - PRINCIPE DE DEPOUILLEMENT

Les courbes que nous avons enregistrées sont les courbes de variation de la longueur absolue de l'éprouvette en fonction de la température. Le problème est de relier Δl à la fraction de phase transformée ζ .

Nous appellerons :

- T_0 température de référence à T_0 : $\Delta l = 0$
 (T_0 doit être choisi inférieur à la température de A_1)
- Δl variation de longueur de l'éprouvette à partir de T_0
- ΔT variation de température à partir de T_0
- λ coefficient de dilatation linéaire de la ferrite
- λ' coefficient de dilatation linéaire de l'austenite
- χ coefficient de contraction austénitique si l'éprouvette entièrement ferritique mesure l_1 à la température T_1 , la même éprouvette austénitique à la même température θ mesurerait χl_1 .

Considérons une éprouvette de longueur l_0 à la température T_0 . A cette même température, une éprouvette contenant une fraction ζ de phase transformée aurait pour longueur :

$$(1 - \zeta)l_0 + \zeta l_0 \chi$$

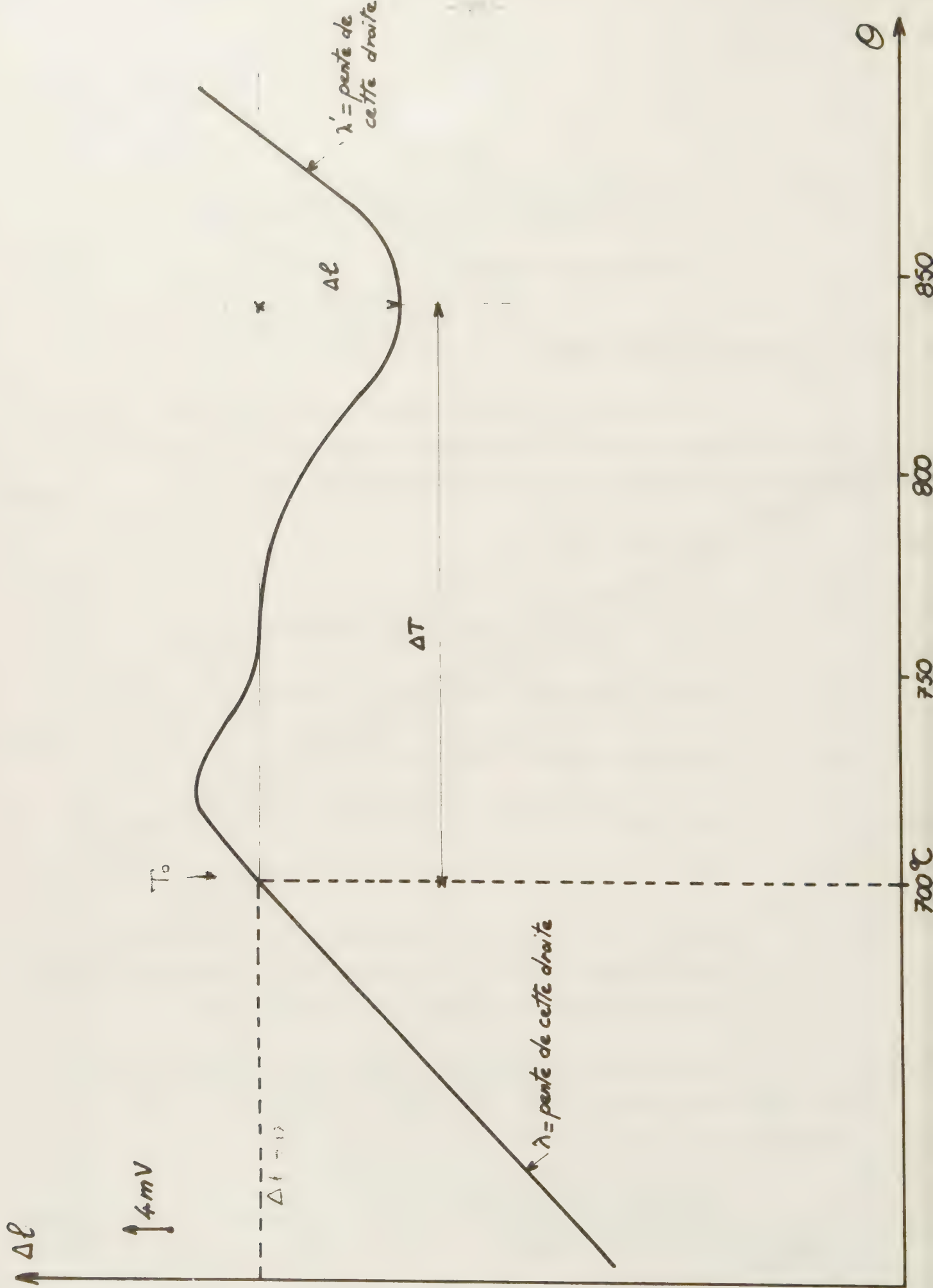


Planche 7 Courbe de dilatométrie absolue

Si nous portons cette éprouvette à la température $T_1 = T_0 + \Delta T$, sa longueur sera :

$$l_0 (1 - \zeta) (1 - \lambda \Delta T) + \zeta l_0 \chi (1 + \lambda' \Delta T)$$

la variation de longueur par rapport à l'éprouvette entièrement ferritique, à la température de référence T_0 , sera :

$$\Delta l = [l_0 (1 - \zeta) (1 - \lambda \Delta T) + \zeta l_0 \chi (1 + \lambda' \Delta T)] - l_0$$

relation d'où l'on tire :

$$\zeta = \frac{\Delta l - l_0 \lambda \Delta T}{l_0 (\chi + \chi \lambda' \Delta T - 1 - \lambda \Delta T)}$$

Pour un même acier λ , λ' et χ sont des constantes. On les obtient de la manière suivante :

λ : pente de la droite $\Delta l = f(T)$ avant A_{C_1} (avant 700°C pour être sûr d'être avant A_{C_1})

λ' : pente de la droite $\Delta l = f(T)$ après la fin de transformation

Pour calculer χ , choisissons un ΔT_1 tel que l'on soit sûr que la transformation soit terminée. Pour cette valeur de ΔT_1 , on a $\Delta l = \Delta l_1$ et, l'austenitisation étant complète, $\zeta = 1$

$$\text{d'où : } \chi = \frac{l_0 + \Delta l_1}{l_0 (1 + \lambda' \Delta T_1)}$$

3.2 - CALCUL D'ERREUR

3.2.1 - Précision et erreur sur ζ Formule générale

ζ est déterminé à partir de la courbe dilatométrique au moyen de la formule :

$$\zeta = \frac{l_0 \lambda \Delta T - \Delta l}{l_0 (1 + \lambda \Delta T - \chi - \chi \lambda' \Delta T)}$$

Dans cette formule intervient χ , coefficient de contraction qui est déterminé à partir de la courbe. Un calcul préalable est donc nécessaire pour calculer $\frac{\Delta\chi}{\chi}$ et $\Delta\chi$.

3.2.1.1 - Précision et erreur sur χ

$$\chi = \frac{l_o + \Delta l_1}{l_o (1 + \lambda' \Delta T_1)}$$

$$\frac{d\chi}{\chi} = \frac{dl_o}{l_o + \Delta l_1} + \frac{d\Delta l_1}{l_o + \Delta l_1} - \frac{dl_o}{l_o} - \frac{d\lambda' \cdot \Delta T_1}{1 + \lambda' \Delta T_1} - \frac{d(\Delta T_1) \cdot \lambda'}{1 + \lambda' \Delta T_1}$$

$$\frac{d\chi}{\chi} = - \frac{\Delta l_1 \cdot dl_o}{l_o (l_o + \Delta l_1)} + \frac{d(\Delta l_1)}{l_o + \Delta l_1} - \frac{\Delta T_1 \cdot d\lambda'}{1 + \lambda' \Delta T_1} - \frac{\lambda' d(\Delta T_1)}{1 + \lambda' \Delta T_1}$$

$$\frac{d\chi}{\chi} = A dl_o + B d(\Delta l_1) + C d\lambda' + D d(\Delta T_1)$$

$$\frac{\Delta\chi}{\chi} = \left| \frac{d\chi}{\chi} \right| = |A| \Delta l_o + |B| \Delta(\Delta l_1) + |C| \Delta(\lambda') + |D| \Delta(\Delta T_1)$$

$$\chi \neq 1 : \Delta\chi \neq \frac{\Delta\chi}{\chi}$$

3.2.1.2 - Précision et erreur sur ζ

$$\frac{d\zeta}{\zeta} = \frac{d(l_o \lambda \Delta T - \Delta l)}{l_o \lambda \Delta T - \Delta l} - \frac{dl_o}{l_o} - \frac{d(1 + \lambda \Delta T - \chi - \chi \lambda' \Delta T)}{1 + \lambda \Delta T - \chi - \chi \lambda' \Delta T}$$

$$= \Delta_1 - \Delta_2 - \Delta_3$$

$$\Delta_1 = \frac{-d(\Delta l)}{A'} + \frac{dl_o \cdot \lambda \Delta T}{A'} + \frac{d\lambda l_o \Delta T}{A'} + \frac{d(\Delta T) \cdot l_o \lambda}{A'}$$

$$\text{avec } A' = l_o \lambda \Delta T - \Delta l$$

$$\Delta_3 = - \frac{d\chi}{B'} - \frac{d\chi \cdot \lambda' \Delta T}{B'} - \frac{d\lambda' \chi \cdot \Delta T}{B'} - \frac{d(\Delta T) \cdot \chi \cdot \lambda'}{B'} + \frac{d\lambda \cdot \Delta T}{B} + \frac{d(\Delta T) \cdot \lambda}{B'}$$

avec $B' = 1 + \lambda \Delta T - \chi - \chi \lambda' \Delta T$

En remplaçant $d\chi$ par sa valeur et en regroupant, il vient :

$$\begin{aligned} \frac{d\zeta}{\zeta} &= \left[-\frac{1}{1_0} + \frac{\lambda \Delta T}{A'} \right] d1_0 + \left[-\frac{1}{A'} \right] d(\Delta 1) + \left[\frac{1_0 \lambda}{A'} - \frac{\chi \lambda' + \lambda}{B} \right] d(\Delta T) \\ &+ \left[\frac{1_0 \Delta T}{A'} + \frac{\Delta T}{B'} \right] d\chi + \left[-\frac{\chi \Delta T}{B'} \right] d\lambda' + \left[\frac{-1 - \lambda' \Delta T}{B'} \right] d\chi \\ \frac{d\zeta}{\zeta} &= \left[-\frac{1}{1_0} + \frac{\lambda \Delta T}{A'} - \frac{A}{B'} (1 + \lambda' \Delta T) \right] d1_0 + \left[-\frac{1}{A'} \right] d(\Delta 1) \\ &+ \left[\frac{1_0 \lambda}{A'} - \frac{\chi \lambda' + \lambda}{B'} \right] d(\Delta T) + \left[\frac{1_0 \Delta T}{A'} + \frac{\Delta T}{B'} \right] d\lambda + \left[-\frac{\chi \Delta T}{B'} - \frac{C}{B'} (1 + \lambda' \Delta T) \right] d\lambda' \\ &+ B d(\Delta 1_1) + D d(\Delta T_1) \end{aligned}$$

$$\text{d'où } \frac{\Delta \zeta}{\zeta} = \left| \frac{d\zeta}{\zeta} \right| :$$

$$\begin{aligned} \frac{\Delta \zeta}{\zeta} &= \left| -\frac{1}{1_0} + \frac{\lambda \Delta T}{A'} - \frac{A}{B'} (1 + \lambda' \Delta T) \right| \Delta 1_0 + \left| \frac{1}{A'} \right| \Delta(\Delta 1) + \left| \frac{1_0 \lambda}{A'} - \frac{\chi \lambda' + \lambda}{B'} \right| \Delta(\Delta T) \\ &+ \left| 1_0 \frac{\Delta T}{A'} + \frac{\Delta T}{B'} \right| \Delta \lambda + \left| \frac{\chi \Delta T}{B'} - \frac{C}{B'} (1 + \lambda' \Delta T) \right| \Delta \lambda' + |B| \Delta(\Delta 1_1) + |D| \Delta(\Delta T_1) \end{aligned}$$

3.2.2 - Remarques sur le calcul d'erreur

Dans les coefficients d'un certain nombre de Δ apparaissent les quantités A' et B' du dénominateur. Une étude mathématique de A' et B' montre que ces quantités sont susceptibles de s'annuler pour certaines valeurs de $\Delta 1$ et ΔT , ce qui entraîne une précision nulle. Si ces quantités, sans être nulles, sont faibles, la précision sera très mauvaise.

La figure (8) donne un abaque montrant pour l'XC 10 les variations de B' en fonction de ΔT .

La figure (9) donne les variations de A' avec ΔT .

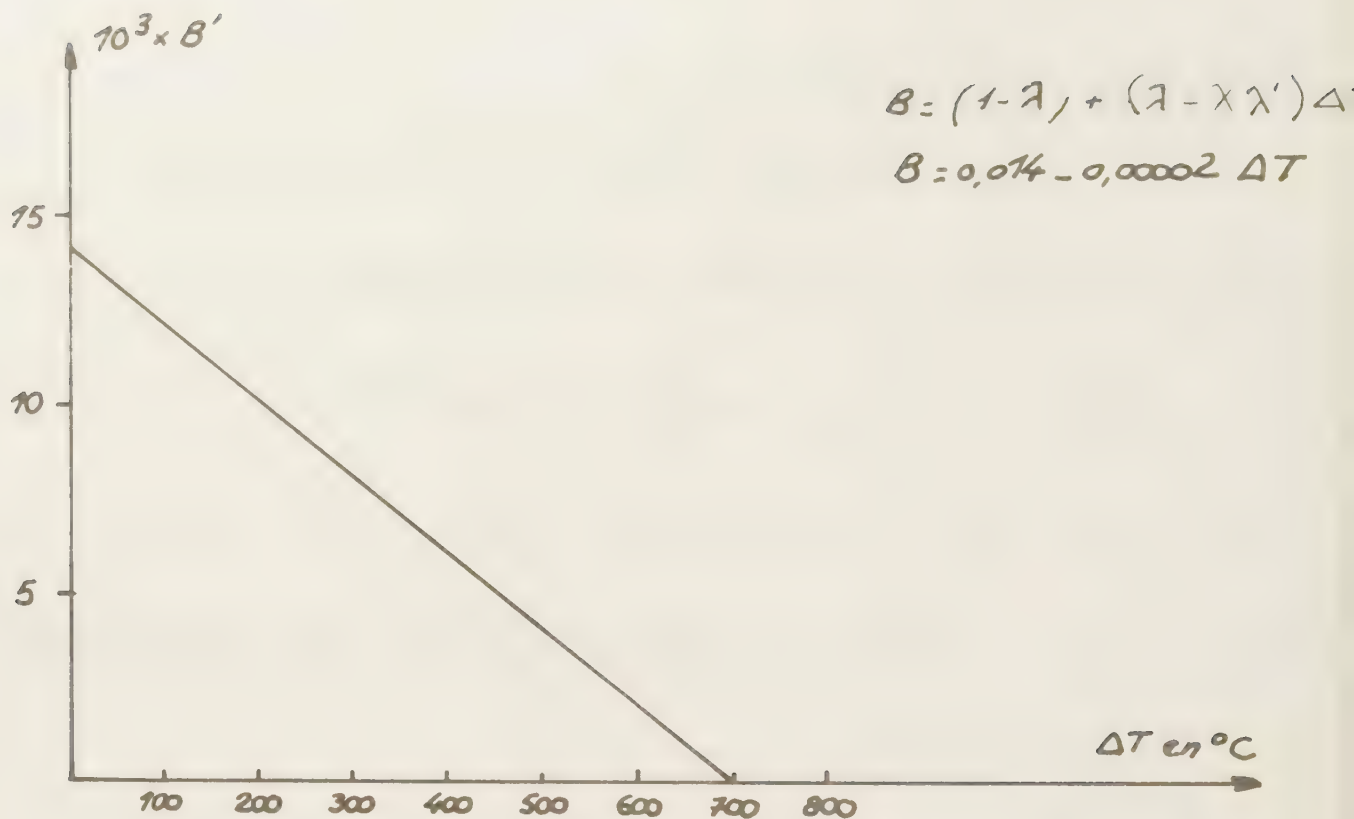


Fig. 8 Variation de B' en fonction de ΔT

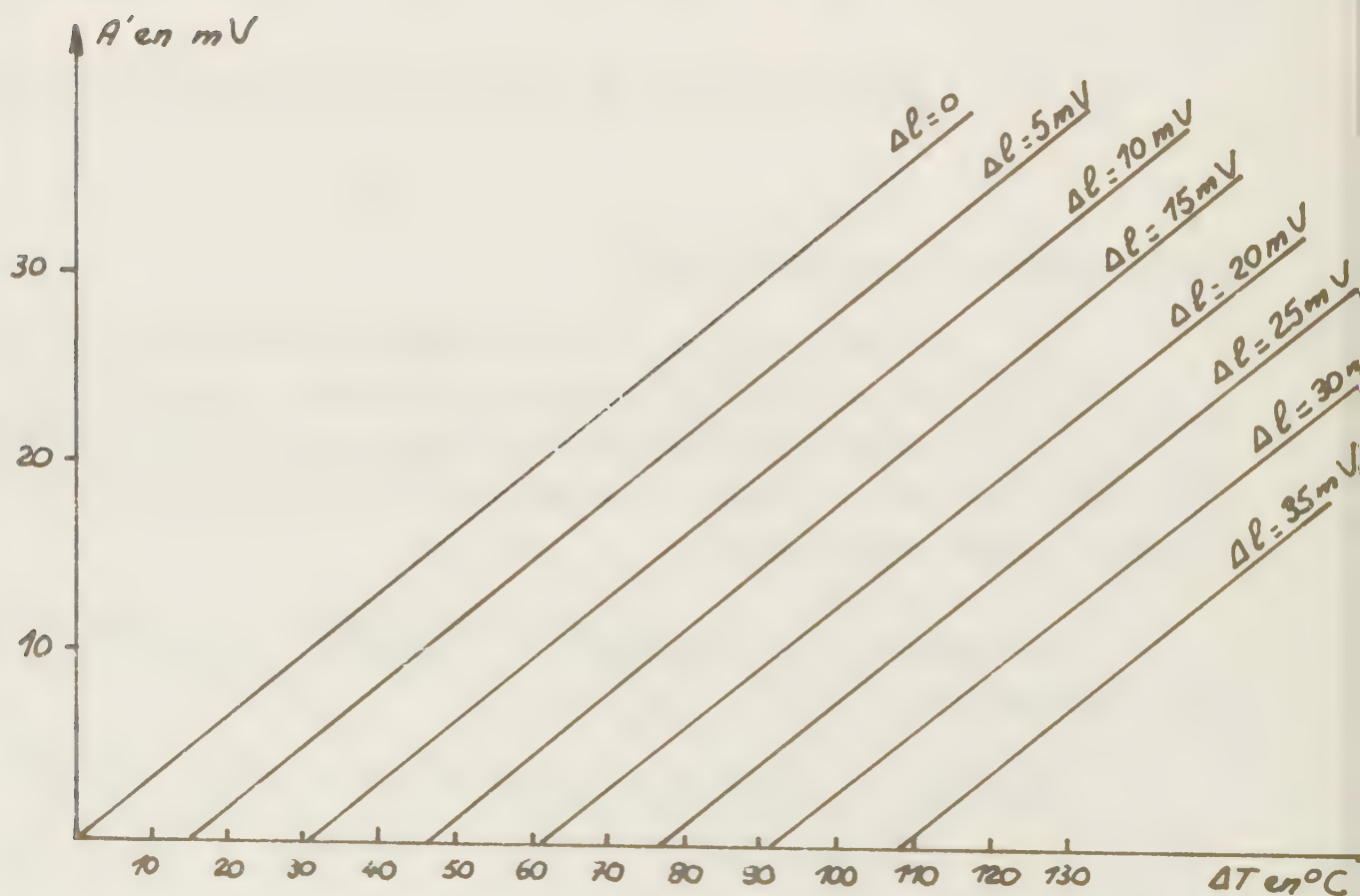


Fig. 9 Variation de A' en fonction de ΔT

En fonction de ces deux courbes, nous avons été amenés à prendre comme température de référence $\theta = 700^{\circ}\text{C}$. Les valeurs prises par A' et B' sont alors compatibles avec une précision acceptable.

3.2.3 - évaluation des erreurs commises

3.2.3.1 - Erreur sur l_0 : Δl_0

Elle est déterminée par la précision de l'usinage : 0,05 mm.

3.2.3.2 - Erreur sur λ et λ'

Le principe du calcul est le suivant : on évalue la pente des droites $\Delta l = f(\Delta \theta)$ en calculant, pour chaque point, l'intervalle de confiance. L'équation de la droite est déterminée par un ajustement par la méthode des moindres carrés. La pente de la droite donne λ ou λ' .

L'erreur $\Delta \lambda$ est l'intervalle compris entre la pente des deux droites extrêmes passant par tous les intervalles de confiance c'est-à-dire les droites D et D'.

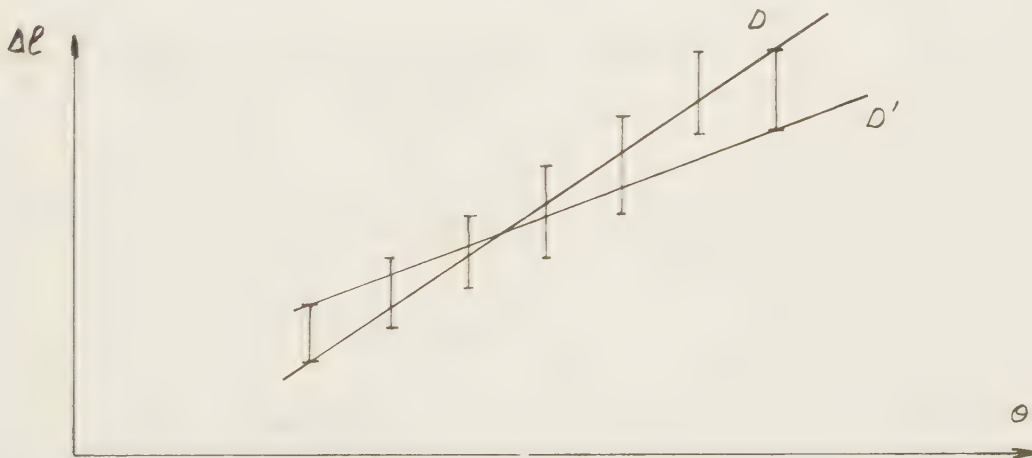


figure 10

3.2.3.3 - Erreur sur Δl et Δl_1

Nous avons pris comme erreur :

$$\Delta l = \Delta l_1 = 0,5 \text{ mV}$$

3.2.3.4 - Erreur

Cette erreur a été déterminée en tenant compte des éléments suivants :

- défaut de zone isotherme du four,
- erreur due au thermocouple,
- différence due à la mise en équilibre au cours des maintiens isothermes entre la température affichée et la température réelle.

Nous l'avons évaluée à 5°C.

Chapitre 4

AUSTENITISATION EN CHAUFFAGE CONTINU

L'étude a été réalisée sur quatre aciers XC 10 - XC 18 - XC 38 - 10 NC 6. La vitesse de chauffage a été de 150°C/h pour les quatre aciers et, de plus, pour l'XC 10 : 300°C/h et 600°C/h. Le dépouillement a été réalisé au moyen d'un ordinateur IBM 1130.

4.1 - TRACE DES COURBES $\zeta = f(\theta)$ et $v = \frac{d\zeta}{d\theta} = f'(\theta)$

4.1.1 - Généralités

Le programme se charge de la lecture des données et du calcul de l'austenite formée $\zeta = \frac{\Delta l - l_0 \lambda \Delta \theta}{1_0 (\chi + \chi \lambda' \Delta \theta - 1 - \lambda' \Delta \theta)}$

puis il effectue : - le calcul de l'erreur sur ζ : $\Delta \zeta$,
- le calcul des vitesses de transformation (dérivée de $\zeta = f(\theta)$,
- le tracé sur la table traçante des deux courbes :
 $\zeta = f(\theta)$ et $\frac{d\zeta}{d\theta} = f'(\theta)$.

4.1.2 - Méthodes de calcul

Le calcul du coefficient de dilatation de l'acier avant transformation : λ est effectué en considérant les points de la courbe dilatométrique situés entre 600°C et 700°C, courbe qui est théoriquement une droite car la transformation n'est pas commencée (en supposant que la dilatation de l'acier est linéaire en fonction de la température, ce qui est vérifié d'une façon satisfaisante).

On recherche les paramètres de cette droite par la méthode des moindres carrés. La pente donne le coefficient λ .

Le calcul du coefficient de dilatation de l'austenite : λ'

s'effectue de la même manière sur les points correspondant à la fin de la transformation.

λ' étant connu, on calcule χ par la formule :

$$\chi = \frac{l_0 + \Delta l_1}{l_0 (1 + \lambda' \Delta T_1)}$$

En plus du tracé de la courbe $\zeta = f(\theta)$, l'ordinateur calcule l'erreur $\Delta\zeta$ et trace les deux courbes correspondant à $\zeta \pm \Delta\zeta$.

Le calcul des vitesses de transformations $V = \frac{d\zeta}{d\theta}$ s'effectue de la manière suivante :

on utilise cinq points consécutifs de la courbe $\zeta = f(\theta)$. On approxime l'arc de courbe joignant ces cinq points par un polynôme du second degré :

$$P(x) = a_0 + a_1 x + a_2 x^2$$

puis on calcule la dérivée au point milieu 0

$$P'(x_0) = a_1 + 2 a_2 x_0$$

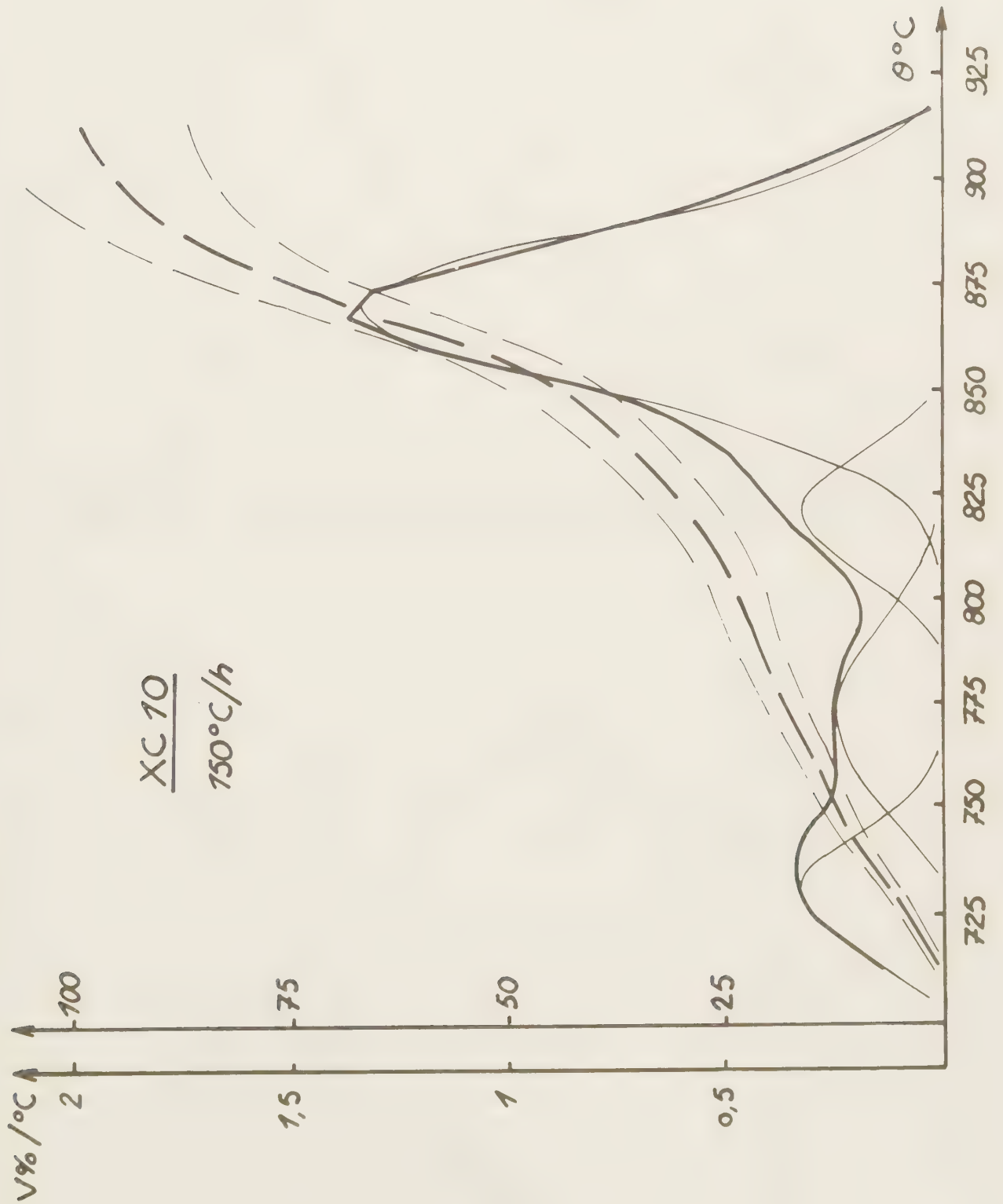
Les coefficients a_0 , a_1 , a_2 sont calculés par approximation par la méthode des moindres carrés et l'ordinateur fait tracer la courbe : $V = \frac{d\zeta}{d\theta}$.

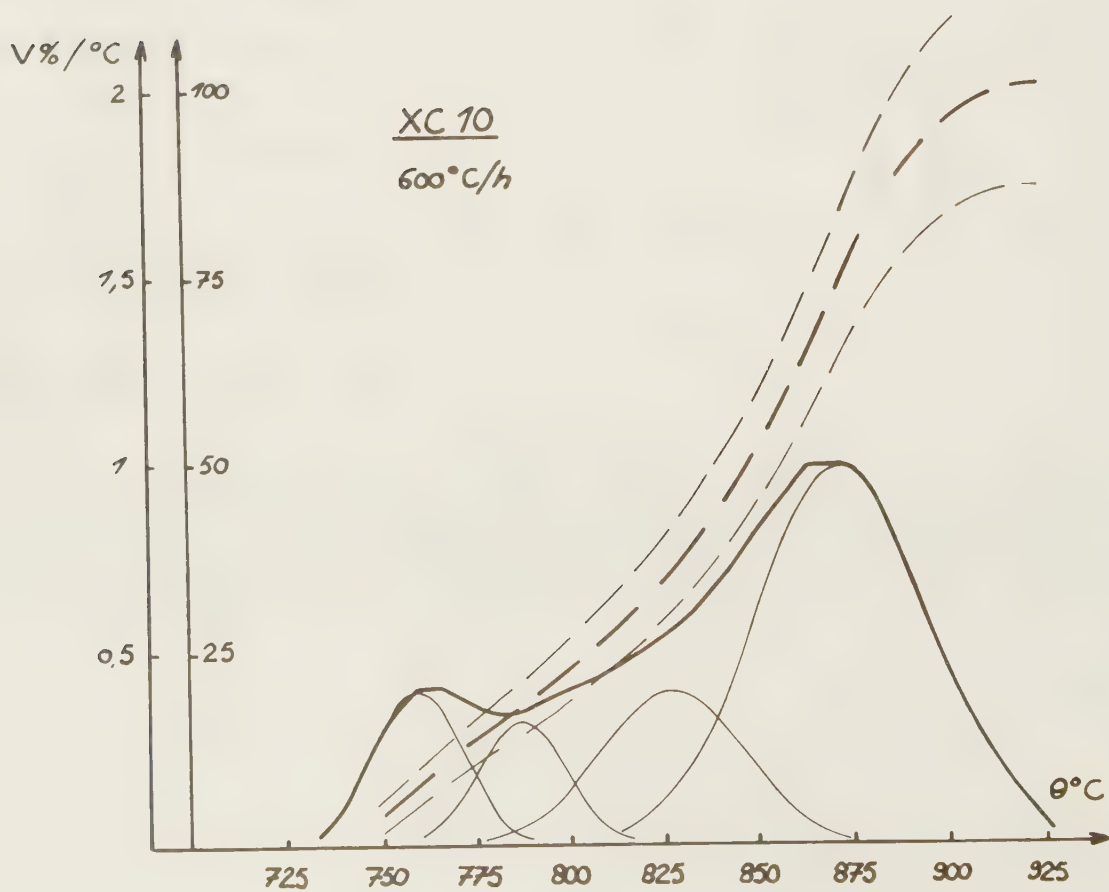
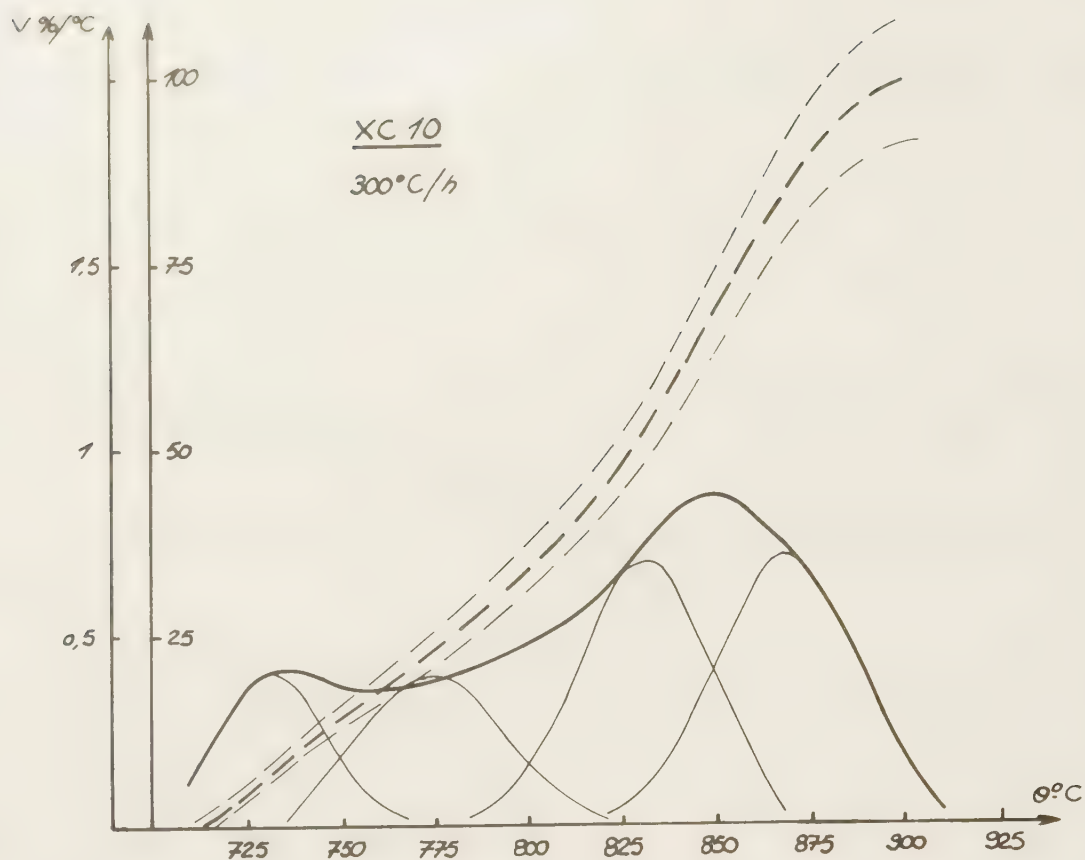
4.1.3 - Résultats

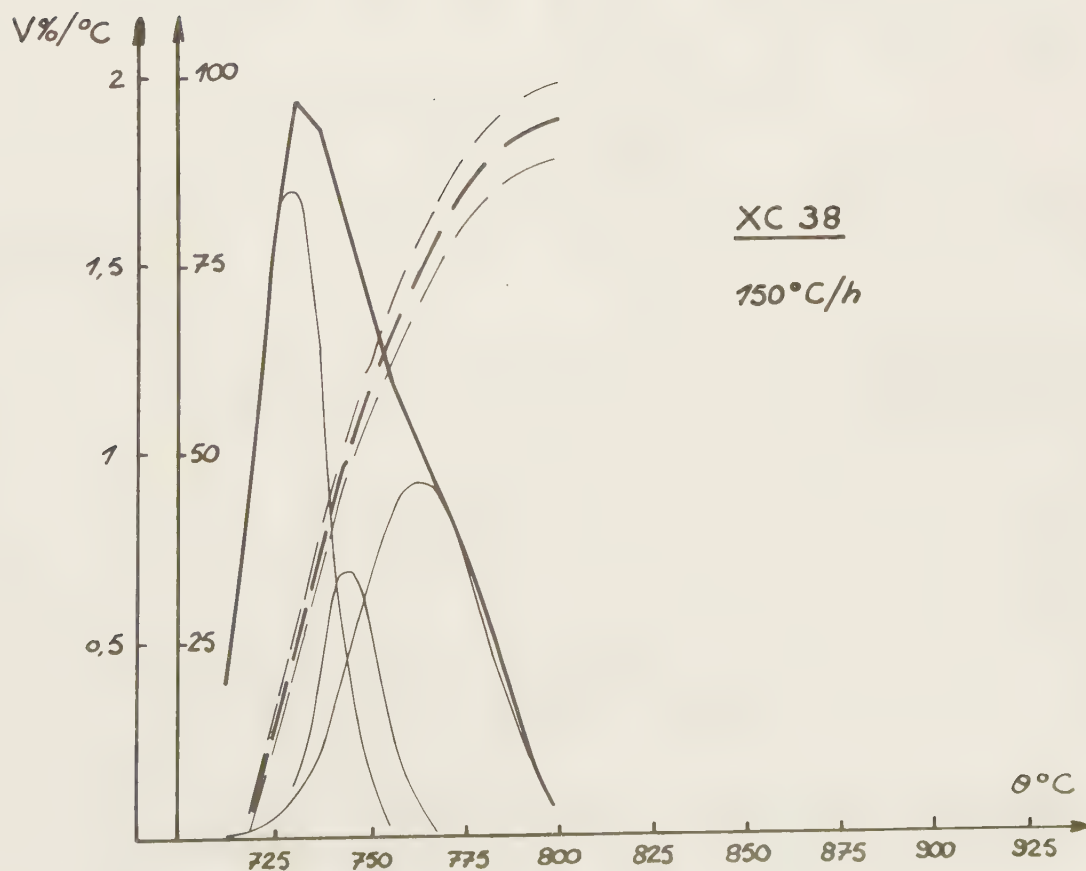
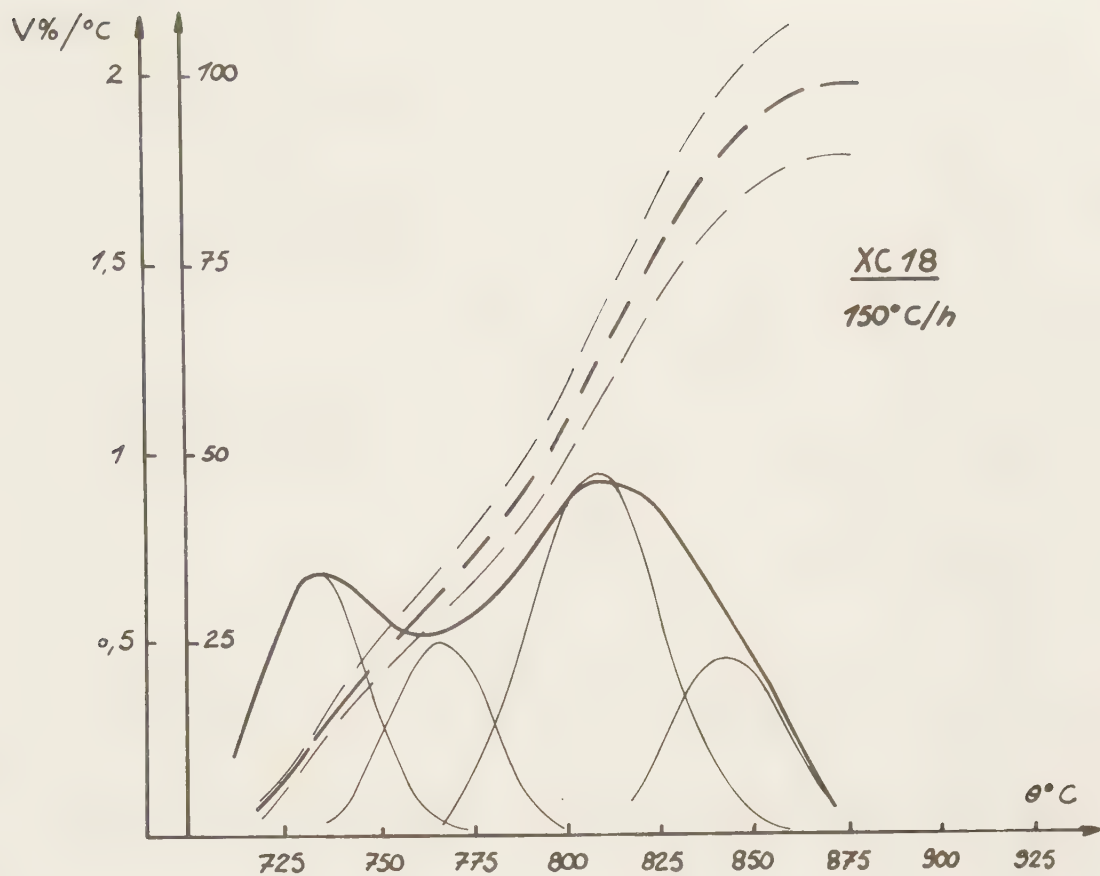
Les planches suivantes (8) à (9b), donnent les courbes tracées au moyen de la méthode décrite ci-dessus.

4.2 - ANALYSE DES COURBES $V = \frac{d\zeta}{d\theta}$

Le profil systématique de ces courbes suggère l'utilisation d'un ajustement à caractère gaussien pour essayer de partager les différentes phases de l'austinitisation et de quantifier leur importance relative.







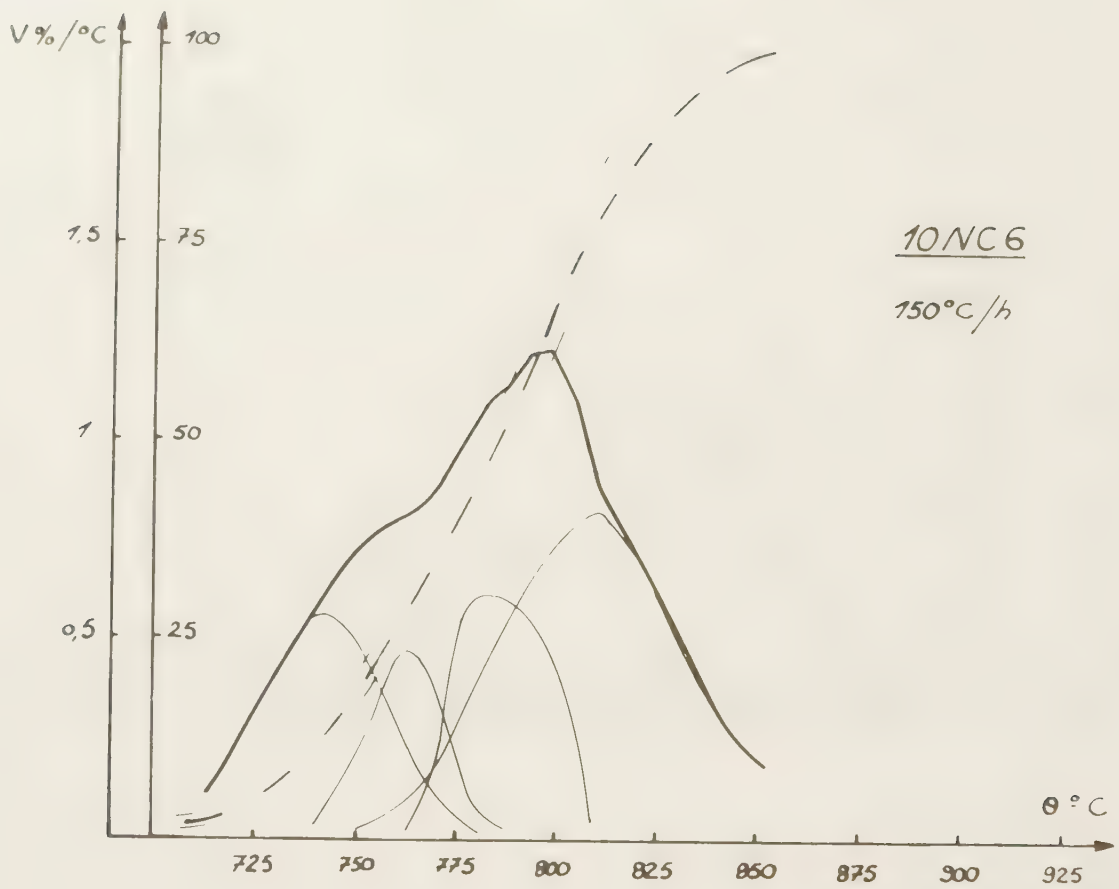


Planche 9b

4.2.1 - ~~Vitesse~~

La figure ci-contre donne les éléments caractéristiques d'une distribution gaussienne.

L'équation de la courbe est :

$$v = \frac{A}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\theta - \bar{\theta}}{\sigma}\right)^2}$$

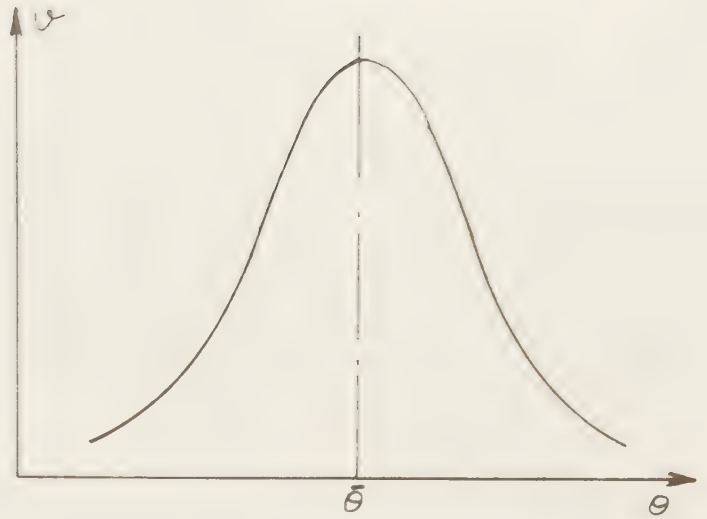


figure 11

où :

v est la vitesse de transformation

$\bar{\theta}$ est la température où la vitesse de transformation est maximale (θ critique)

σ est l'écart type qui donne une indication sur l'étalement de la transformation :

σ petit : domaine de température étroit

σ grand : domaine large

A est le pourcentage de transformation dû à l'une des phases du processus de l'austenitisation (coefficient de partage).

Connaissant trois points de la distribution que l'on considère comme gaussienne, on peut déterminer les paramètres de la distribution au moyen des formules :

$$\bar{\theta} = \frac{1}{2} \frac{(\theta_2^2 - \theta_1^2) (\ln v_2 - \ln v_3) - (\theta_3^2 - \theta_2^2) (\ln v_1 - \ln v_2)}{(\theta_2 - \theta_1) (\ln v_2 - \ln v_3) - (\theta_3 - \theta_2) (\ln v_1 - \ln v_2)}$$

$$\sigma^2 = \frac{(\theta_2 - \bar{\theta})^2 - (\theta_1 - \bar{\theta})^2}{2(\ln v_1 - \ln v_2)}$$

Si l'on prend θ_1, θ_2 et θ_3 tels que :

$\theta_2 - \theta_1 = \theta_3 - \theta_2$, les formules se simplifient :

$$\bar{\theta} = \frac{(\theta_1 + \theta_2) (\ln v_2 - \ln v_3) - (\theta_3 + \theta_2) (\ln v_1 - \ln v_2)}{(\ln v_2 - \ln v_3) - (\ln v_1 - \ln v_2)}$$

PHASE I : Le coefficient de partage peut être considéré comme constant. Il correspond sensiblement au pourcentage initial de perlite. La température $\bar{\theta}_1$ et l'écart type σ_1 correspondant à la vitesse maximum pour la phase 1 restent constants tant que la vitesse de montée en température n'est pas trop élevée. Une vitesse de 600°C/h la décale vers les températures plus fortes, l'écart type diminuant.

PHASE II ET PHASE II BIS :

- A 150°C/h, le coefficient de partage relatif aux phases II et II bis est 25 %.
- A 300°C/h, il est de 50 % et à 600°C/h de 30 % environ.

On peut donner l'explication suivante de ces variations :

A 150°C/h, la traversée lente d'une certaine zone de température a introduit un blocage et un renforcement du joint de grain. Le carbone migre très difficilement vers les plages ferritiques. La transformation évolue lentement et la transformation allotropique directe se produit quand la température s'est suffisamment élevée.

A 300°C/h, le blocage du joint ne se produit pas ; les phases II et II bis se développent et il ne reste plus que 33 % de ferrite qui se transforment en austénite par transformation allotropique directe.

A 600°C/h, la vitesse est trop rapide pour que les phases II et II bis aient le temps de se développer. Il reste 57 % de ferrite qui se transforment directement en austénite.

PHASE III :

On note deux paramètres constants dans la répartition relative à la phase III : la température $\bar{\theta}_3$ et l'écart type σ_3 . Cela montre bien que cette phase est liée à la transformation allotropique directe $\alpha \rightarrow \gamma$ puisque le seul paramètre qui varie est A_3 , lié à la quantité de ferrite restant à transformer quand la transformation allotropique démarre.

4.2.2.2 - Influence de la teneur en carbone

	Phase I	Phase II	Phase II bis	Phase III
	$A_1 : \bar{\theta}_1 : \sigma_1$	$A_2 : \bar{\theta}_2 : \sigma_2$	$A_{2b} : \bar{\theta}_{2b} : \sigma_{2b}$	$A_3 : \bar{\theta}_3 : \sigma_3$
XC 10 150°C/h	11,5 : 730 : 13,6 : 13,5	772 : 20,8 : 11,5	821 : 13,2 : 64,7	868 : 18,9
XC 18 "	24 : 734 : 13,1 : 16,8	767 : 13 : 42,5	808 : 17 : 17,9	844 : 15
XC 38 "	42 : 729 : 9,7 : 15,0	746 : 8,3 : 37,5	764 : 16,9	- : - : -

PHASE I :

Les coefficients de répartition sont conformes à la teneur initiale en perlite de l'acier. La température où la vitesse est maximum peut être considérée comme constante.

PHASE II ET II BIS :

Seul l'XC 10 est sujet à un renforcement du joint ; les phases II et II bis se développent normalement en ce qui concerne XC 18 et l'XC 38.

PHASE III :

Le coefficient de partage relatif à cette phase diminue quand la teneur en carbone augmente, ce qui est conforme à ce qu'on pouvait prévoir, les phases II et II bis, et surtout la phase I prenant une importance de plus en plus grande. La température où la vitesse de la phase III est maximum $\bar{\theta}_3$ diminue quand la teneur en carbone augmente, ainsi que l'écart type σ_3 . La décroissance simultanée de ces deux paramètres entraîne que la température de début de la phase III ($\neq \bar{\theta}_3 - 2 \sigma_3$) est pratiquement constante.

4.2.2.3 - Influence des éléments d'addition

Dans le tableau suivant, nous comparons le 10 NC 6 à un acier non allié ayant la même teneur en carbone (XC 10) et à un acier non allié ayant sensiblement le même pourcentage initial en perlite (XC 18).

	Phase I			Phase II			Phase II bis			Phase III		
	A_1	$\bar{\theta}_1$	σ_1	A_2	$\bar{\theta}_2$	σ_2	A_{2b}	$\bar{\theta}_{2b}$	σ_{2b}	A_3	$\bar{\theta}_3$	σ_3
XC 10 150°C/h	11,5	730	13,6	13,5	772	20,8	11,5	821	13,2	64,7	868	18,9
10 NC 6 150°C/h	22,5	742	15,9	11,5	763	9,6	20,9	780	-	45,1	809	22,4
XC 18 150°C/h	24	734	13,1	16,8	767	13	42,5	808	17	17,9	844	15

PHASE I :

Le coefficient de répartition A_1 du 10 NC 6 se rapproche de celui de XC 18 (pourcentages en perlite voisins).

Par rapport à l'XC 10 et à l'XC 18, on note les différences suivantes :

- élévation de la température $\bar{\theta}_1$,
- augmentation de l'écart type σ_1 .

Nous pouvons attribuer ce phénomène à la présence de chrome : la cémentite alliée au chrome (carbures complexes Fe - Cr - C) est plus stable que la cémentite non alliée, ce qui se traduit par un étalement de la première phase.

PHASE II, II BIS ET III :

Les différences notées par rapport à l'XC 10 et l'XC 18 peuvent être attribuées à l'action gammagène du nickel. Cette action se manifeste principalement sur la phase III : abaissement de la température $\bar{\theta}_3$ et augmentation de l'écart type σ_3 (le démarrage de la phase III est considérablement avancé par rapport à l'XC 10 et à l'XC 18).

Cela agit sur les phases II et II bis par une diminution des écarts types σ_{II} et $\sigma_{II\ bis}$. Les phases II et II bis ne peuvent pas se développer, la phase III commençant très tôt.

4.4.4 - Interprétation

Les résultats mettent en évidence les points suivants qui nous paraissent particulièrement importants :

- la phase I correspond à la mise en solution de la cémentite ;
- les phases II et II bis correspondent au processus d'austenitisation provoqué par la diffusion du carbone dans la ferrite.

Dans la phase II, cette diffusion serait contrôlée par le joint de grain.

Dans la phase II bis, le joint migrant facilement (l'effet de joint disparaît), le phénomène directeur pourrait être la diffusion du carbone dans la ferrite.

- la phase III, qui ne démarre qu'à température relativement élevée, correspond à la transformation allotropique directe $\alpha \rightarrow \gamma$. La température marquant le début de cette phase doit être fonction de la teneur en carbone de la ferrite, conformément au diagramme d'équilibre Fe - Fe₃C.

A l'inverse des courbes TTT, où l'on ne remarque pas de dédoublement de la décomposition de l'austenite pour l'XC 10 et un début de dédoublement pour le 10 NC 6, au chauffage il y a, pour une vitesse de 150°C/h, un dédoublement très net entre la mise en solution de la cémentite et la transformation allotropique directe sur l'XC 10 ; pour le 10 NC 6, l'action retardatrice du chrome carburigène agissant sur la phase III atténue considérablement le dédoublement.

4.3 - ANALYSE MICROGRAPHIQUE SUR L'XC 10

Nous avons choisi sur les courbes $\frac{d\zeta}{d\theta} = f(\theta)$ de l'XC 10 les points caractéristiques en ce qui concerne l'évolution de la transformation austénitique. Ces points sont repérés par des flèches sur les courbes et numérotés de 1 à 8.

Les micrographies correspondantes, effectuées sur des échantillons trempés à l'eau (la trempe fige la structure ayant existé à haute température), sont données dans les planches (12) et (13).

4.3.1 - Chauffage 150°C/h

points 1 et 2 ($M_i 5$)

Décomposition de la cémentite et mise en solution du carbone pour donner une austénite à 0,8 % C.

points 3,4 ($M_i 6$)

et 5 ($M_i 7$)

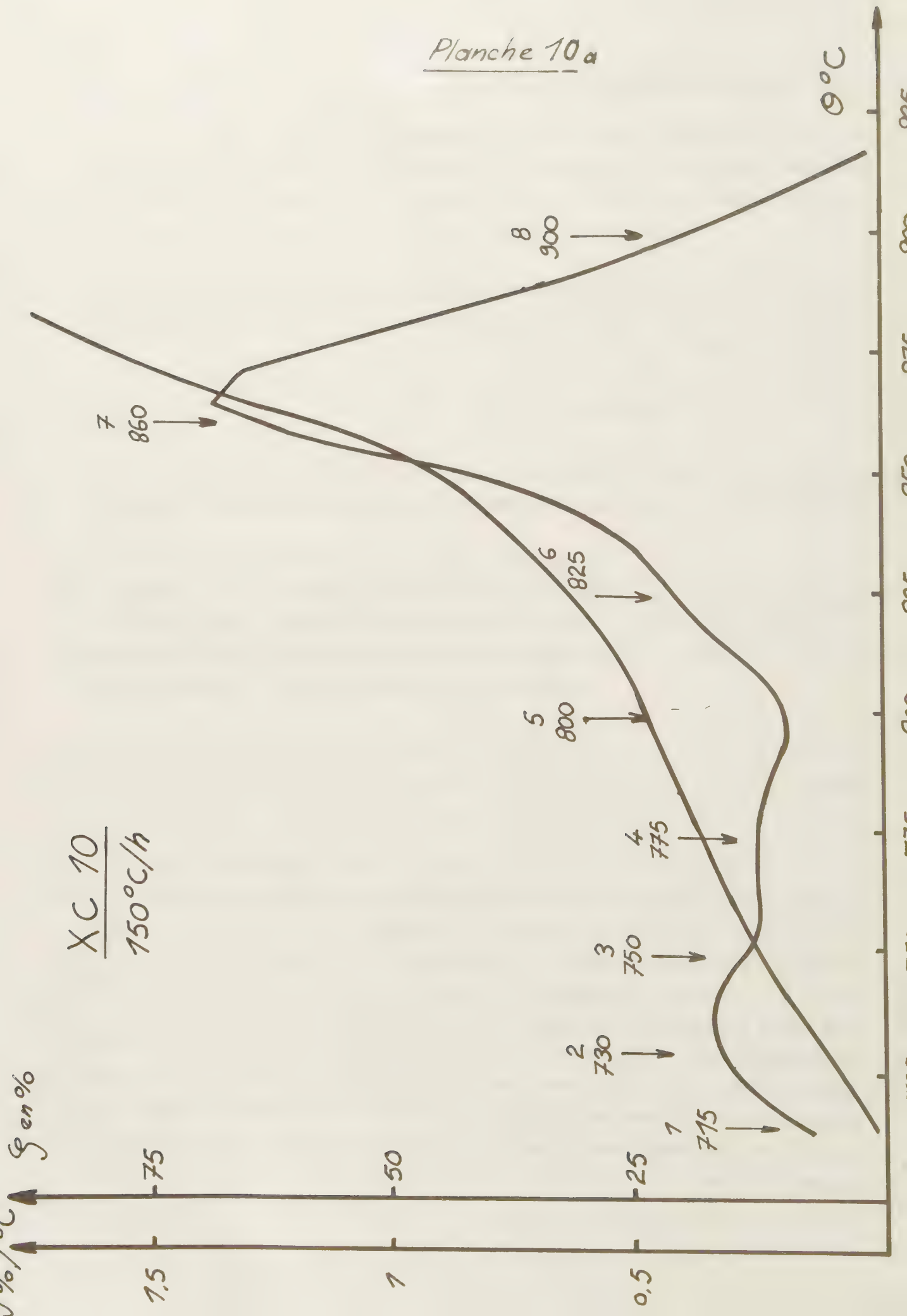
Les plages initialement perlitiques sont austénitisées, la transformation progresse très lentement. Présence de nombreux joints doubles initiés semble-t-il à partir des plages perlitiques, ce qui laisse supposer qu'il y a diffusion du carbone le long des joints.

points 6,7,8 ($M_i 8$)

Peu d'évolution dans le pourcentage de martensite formée. Apparition d'un joint à l'intérieur des plages ferritiques.

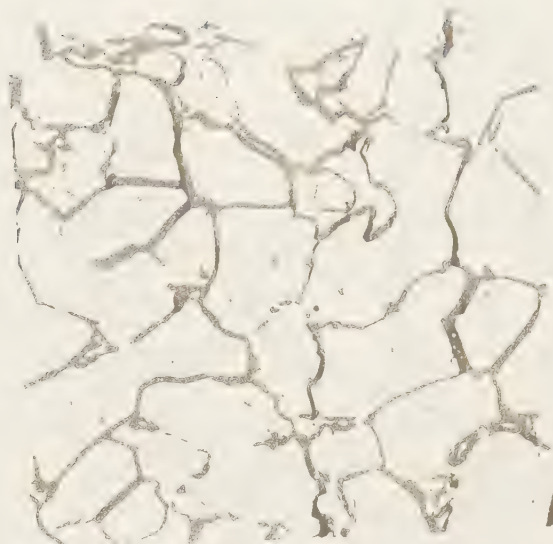
La courbe $\zeta = f(\theta)$ montre que, en ce qui concerne les points 6, 7, 8, le pourcentage de martensite ne correspond pas au pourcentage d'austénite formée. Nous en concluons une transformation allotropique directe $\alpha \rightarrow \gamma$ sans diffusion préalable du carbone. Le front de transformation est marqué par le joint qui apparaît à l'intérieur des plages ferritiques. La forme de ce front de transformation donne à penser que la transformation allotropique directe s'initie aux joints et progresse vers le centre des grains ferritiques. Lors de la trempe, cette austénite, à très faible pourcentage en carbone, se retransforme en ferrite par la transformation allotropique inverse. Le pourcentage de phase ferritique à haute température correspond sensiblement au pourcentage restant à transformer sur la courbe $\zeta = f(\theta)$.

Planche 10a





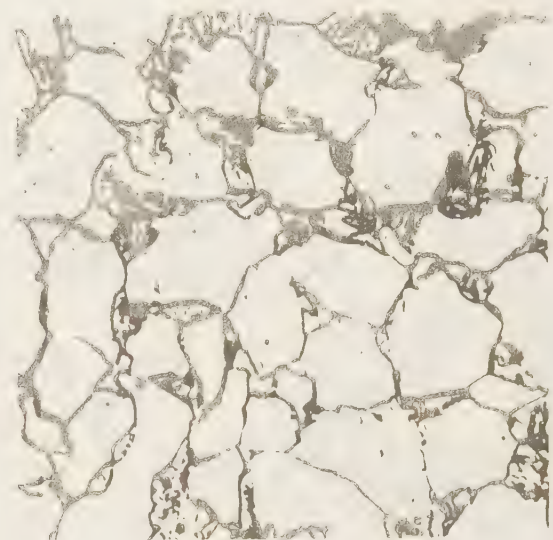
Mi 4-point 1



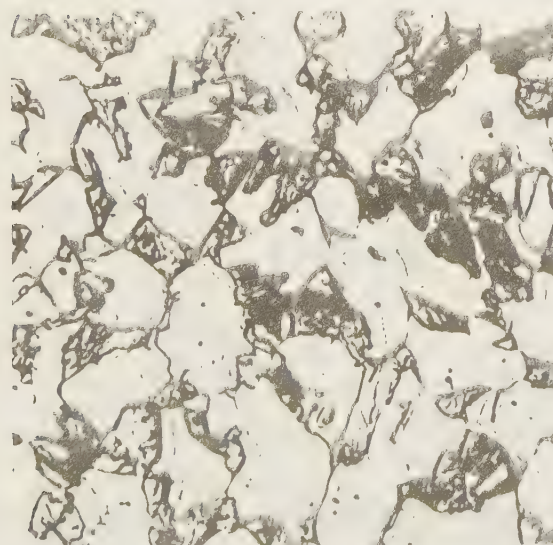
Mi 5-point 2



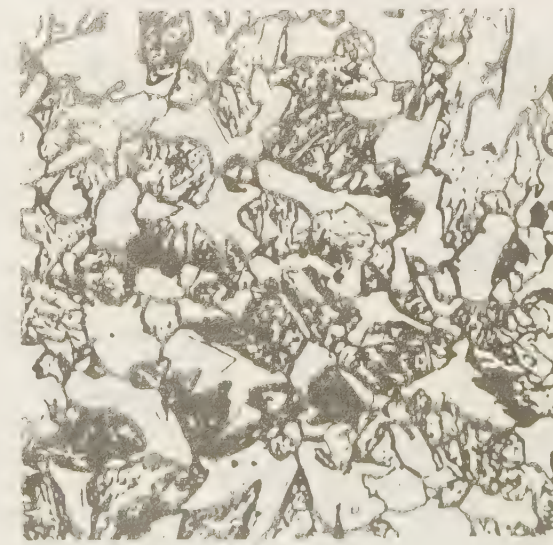
Mi 6-point 4



Mi 7-point 5



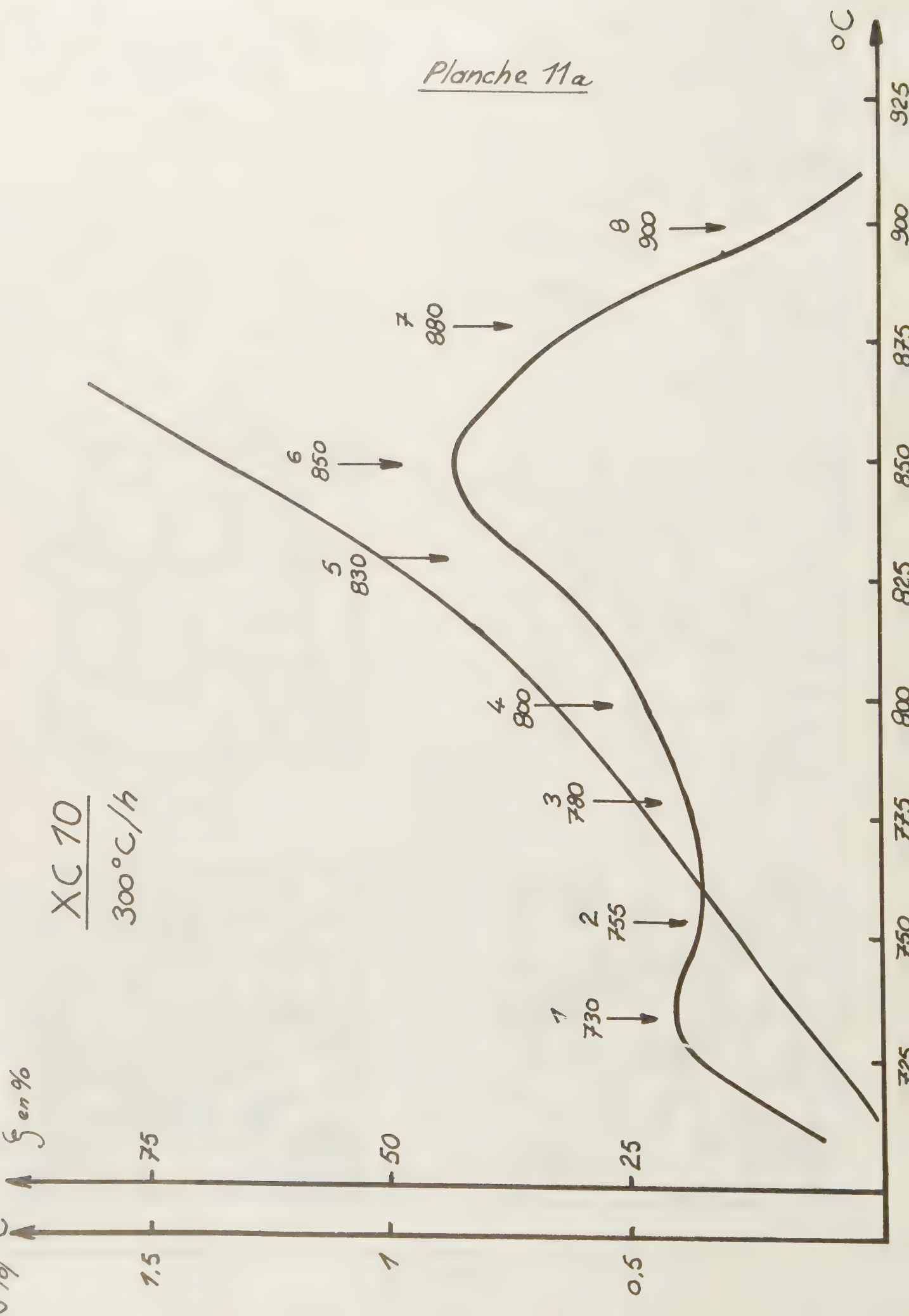
Mi 8-point 7



Mi 9-point 8

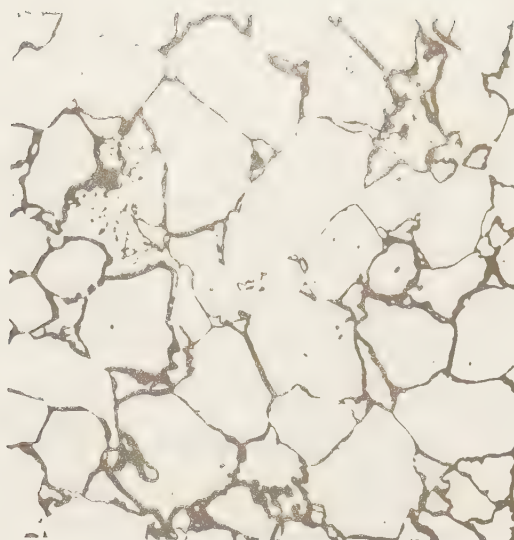
PLANCHE 10 B

XC 10 Chauffage à 150°C/h

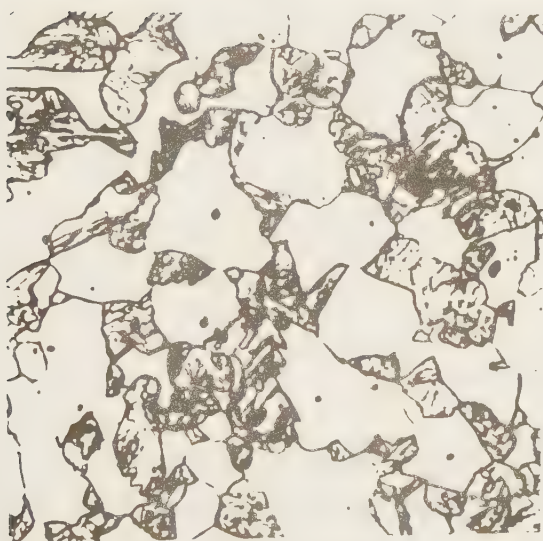




Mi 10-point 1



Mi 11-point 3



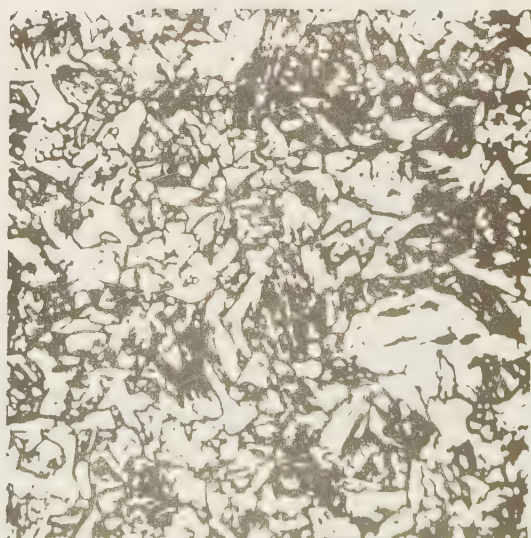
Mi 12-point 5



Mi 13-point 6



Mi 14-point 7



Mi 15-point 8

4.4.1 - Influence du joint de grain

<u>points 1 et 2</u>	Décomposition de la cémentite
<u>point 3</u> ($M_i 9$)	Les plages initialement perlitiques sont austenitisées.
<u>points 4,5</u> ($M_i 10$)	Le pourcentage de martensite contenu dans l'échantillon croît régulièrement. Il correspond sensiblement au pourcentage de phase transformée que l'on peut lire sur la courbe $\zeta = f(\theta)$.
6 ($M_i 11$)	
7,8 ($M_i 12$)	

Au cours d'un chauffage à 300°C/h, le réseau de l'ancien joint ferritique disparaît, ce qui n'était pas le cas pour le chauffage à 150°C/h. Ceci est dû au développement de la phase intermédiaire (II et II bis) qui entraîne par ailleurs une diminution très nette de la transformation allotropique directe.

4.4.1 - Influence du joint de grain

Le traitement à 150°C/h semble avoir introduit un blocage du joint de grain. Le joint étant bloqué, il ne peut migrer qu'avec beaucoup de difficultés et la transformation est considérablement ralentie. Cela est prouvé, d'un côté, par l'analyse micrographique (le pourcentage de martensite évolue très lentement) et, d'un autre côté, par la courbe de vitesse $\frac{d\zeta}{d\theta} = f'(\theta)$ qui présente un minimum très accentué (795°C).

Le carbone ne diffusant que très difficilement et la température s'élevant, la transformation allotropique directe se produit, ce qui se traduit par une augmentation de la vitesse de réaction $\frac{d\zeta}{d\theta}$ dont le maximum se situe vers $\theta = 870^\circ\text{C}$.

Au cours de chauffage à vitesse plus élevée, le blocage ne se produit pas ainsi que le montre l'étude micrographique sur la courbe de chauffage à 300°C/h. D'autre part, le minimum sur la courbe $\frac{d\zeta}{d\theta} = f'(\theta)$ est nettement moins accentué.

Il semble donc bien que la traversée lente d'une certaine zone de température soit responsable de ce blocage du joint de grain (les phases II et II bis ne peuvent pas se développer, le joint étant fixé et le carbone ne pouvant pas diffuser). L'évolution de la teneur du grain austenitique confirme d'ailleurs qu'il y a bien eu blocage du joint lors du chauffage à 150°C/h. En effet, la micrographie 8 -M₁= 8) montre que, dans ce cas, la grosseur du grain austenitique à 900°C est restée inchangée par rapport à celle de l'ancien grain ferritique (indice AFNOR :10-11) alors que la micrographie numéro 12 montre que le joint a migré : structure austenitique à gros grain (indice AFNOR : 8-9).

Par ailleurs, lorsque la phase III commence, le carbone diffusant très mal dans l'austenite (100 fois moins vite à température égale que dans la ferrite), les phases intermédiaires II et II bis sont automatiquement stoppées.

Il faudrait monter à des températures beaucoup plus élevées pour homogénéiser l'austenite.

Chapitre 5

ETUDE DE L'AUSTENITISATION EN MAINTIEN ISOTHERME

5.1 - INTRODUCTION

5.1.1 - Limites de l'étude

Ainsi que le montrent les courbes de chauffage données au chapitre 2, la mise en équilibre thermique de l'échantillon demande un temps de l'ordre de quatre à cinq minutes. Durant ces quatre à cinq minutes, la cémentite se décompose et quand la température est stabilisée, la première phase, austenitisation des plages perlitiques, est terminée ou pratiquement terminée. Il était donc exclu d'étudier cette première partie de l'austenitisation en isotherme. Nous nous limiterons donc aux valeurs de ζ telles que :

$$\frac{0,8}{C} < \zeta < \zeta_{eq}$$

$\frac{0,8}{C}$ étant le pourcentage de perlite initialement contenue dans l'acier.

5.1.2 - But de l'étude

Le but de l'étude de l'austenitisation en maintien isotherme que nous avons effectuée est, d'une part, le tracé des courbes $\zeta = f(t)$ et, d'autre part, la vérification de certaines hypothèses que nous exposons dans ce qui suit, hypothèses relatives au rôle joué par les phénomènes de diffusion dans l'austenitisation. Cette étude nous a permis de calculer les énergies d'activations globales du phénomène, énergies d'activation qui n'ont qu'une signification relative étant donné la faible précision des mesures indirectes telles que celles que nous avons effectuées (dilatation) pour ce genre de calcul.

5.2 - AUSTENITISATION ET DIFFUSION

5.2.1 - L'austenitisation passe par la diffusion du carbone. En effet, nos conditions expérimentales sont telles que :

- le chauffage est rapide (introduction directe),
- les températures sont relativement basses (< 825°C).

Ces deux conditions entraînent que la germination d'austénite sans diffusion préalable du carbone ne se produit pas. Le processus est donc comparable à ce qui se produit en chauffage continu à vitesse rapide (300°C, 600°C). Ceci est d'ailleurs confirmé par les micrographies de la planche

5.2.2 - Solution de WHIPPLE des équations de FICK appliquées à l'austenitisation

Soit C la teneur en carbone de l'austenite à une distance x de l'interface au temps t .

A une température donnée du domaine α - γ , il y a une teneur en carbone C_1 où les deux phases ferrite austenite, à teneur C_1 en carbone, sont en équilibre bien que n'ayant pas la même teneur en carbone.

Cela provient du fait que, dans les équations classiques de diffusion, on considère la diffusion d'un élément dans un système monophasé. Dans ce cas, l'équilibre suppose l'égalité des concentrations en tout point. Pour tenir compte du fait que dans nos aciers il y a un mélange de deux phases et que donc les conditions d'équilibre sont modifiées, nous avons appliqué à l'équation (3) des teneurs fictives notées $*$ et définies de la façon suivante :

$$C_o^* = C_o - C_1 \neq 0,8 - C_1$$

$$C^* = C - C_1$$

où C_o et C sont les teneurs définies précédemment

C_1 est la teneur en carbone de l'austenite correspondant à l'équilibre à l'interface $\alpha - \gamma$.

$$\text{Il vient : } \frac{C^* - C_O^*}{- C_O^*} = 1 - \Phi \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (C_S = 0)$$

En remplaçant C^* et C_O^* par leur valeur :

$$\frac{0,8 - C}{0,8 - C_1} = 1 - \Phi \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \quad (4)$$

Nous allons maintenant transformer cette expression en fonction des pourcentages d'austenite. L'application de la règle des segments inverses donne :

$$C_n = \zeta C \qquad C = \frac{C_n}{\zeta}$$

$$C_n = \zeta_{eq} C_1 \qquad C_1 = \frac{C_n}{\zeta_{eq}}$$

où C est la teneur en carbone de l'austenite à l'instant t , ζ étant le pourcentage d'austenite à t .

C_1 et ζ_{eq} sont respectivement la teneur en carbone et le pourcentage d'austenite à l'équilibre.

En reportant dans (4) :

$$\frac{\frac{0,8}{C_n} \zeta_{eq} - \frac{\zeta_{eq}}{\zeta}}{\frac{0,8}{C_n} \zeta - 1} = 1 - \Phi \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (5)$$

5.2.3 - Energie d'activation du phénomène

Dans tout ce qui suit, nous poserons :

$$u = \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \quad \text{et} \quad A = \frac{\frac{0,8}{C_n} \zeta_{eq} - \frac{\zeta_{eq}}{\zeta}}{\frac{0,8}{C_n} \zeta_{eq} - 1}$$

Remarquons que A varie de 0 à 1 quand ζ varie de $\frac{C_n}{0,8}$ (qui représente le pourcentage de perlite donc l'austenite formée au cours de la première phase) à ζ_{eq} pourcentage d'austenite à l'équilibre.

La formule proposée vérifie donc bien les conditions aux limites de la 2ème phase, aussi bien en ce qui concerne le début que la fin de la transformation.

Montrons maintenant comment on peut obtenir la chaleur d'activation du phénomène à partir de l'équation (5).

Nous utiliserons dans les grandes lignes la méthode proposée par une étude de la S.F.A.C (11).

Considérons un cycle thermique rectangulaire consistant en un maintien de durée t_o à la température T_o (en °K) et un autre, de durée t à la température T .

Si le pourcentage ζ d'austenite formée au bout des 2 cycles est le même, en supposant que le phénomène est contrôlé par la diffusion, on a :

$$D_o t_o = D t$$

où D_o et D sont respectivement les coefficients de diffusion à la température T_o et à la température T .

La relation de Dushman et Langmuir donne alors :

$$D_o t_o = \frac{Q J^2 t_o}{N h} e^{-\frac{Q}{RT_o}}$$

où : Q = chaleur d'activation

δ = distance interatomique

N = constante de Plank

R = constante des gaz parfaits

En remplaçant $Dt = D_o t_o$ par sa valeur dans (5), on obtient :

$$A = 1 - \phi \left[\frac{x}{2 \frac{Q J^2 t_o}{N h}} \cdot \left(e^{\frac{Q}{2R}} \right)^{\frac{1}{T_o}} \right]$$

$$\text{Posons : } \frac{x}{2 \frac{Q J^2 t_o}{N h}} = \alpha$$

$$e^{\frac{\phi}{2R}} = \beta$$

Il vient :

$$A = 1 - \Phi\left(\alpha \cdot \beta \frac{1}{T_0}\right)$$

Remarque

La fonction $\Phi(u)$ est aussi appelée $\text{erf}(u)$ et $1 - \Phi(u) : \text{erfc}(u)$.

En utilisant ces notations :

$$A = \text{erfc}\left(\alpha \cdot \beta \frac{1}{T_0}\right)$$

Prenons la fonction réciproque :

$$\alpha \cdot \beta \frac{1}{T_0} = \text{erfc}^{-1}(A)$$

en prenant le $\ln$ des deux membres :

$$\ln \alpha + \frac{1}{T_0} \ln \beta = \ln(\text{erfc}^{-1}A)$$

$$\beta = e^{\frac{\phi}{2R}}$$

$$\ln \beta = \frac{Q}{2R}$$

d'où :

$$\ln \text{erfc}^{-1}(A) = \frac{Q}{2R} \cdot \frac{1}{T_0} + \ln \alpha$$

Il suffit donc de tracer la courbe $\ln \text{erfc}^{-1}(A) = f\left(\frac{1}{T_0}\right)$. Cette courbe est une droite de pente $Q/2R$.

5.3 - RESULTATS

Les courbes dilatométriques isothermes ont été dépouillées de la même façon que les courbes en chauffage continu à l'aide de la formule mise au point dans la première partie. Les résultats sont donnés dans les planches (12), (13), (14) : courbes $\gamma = f(t)$ et dans les tableaux (1) (2) (3) qui nous ont servi pour effectuer les calculs ultérieurs. Sur ces tableaux, nous avons matérialisé

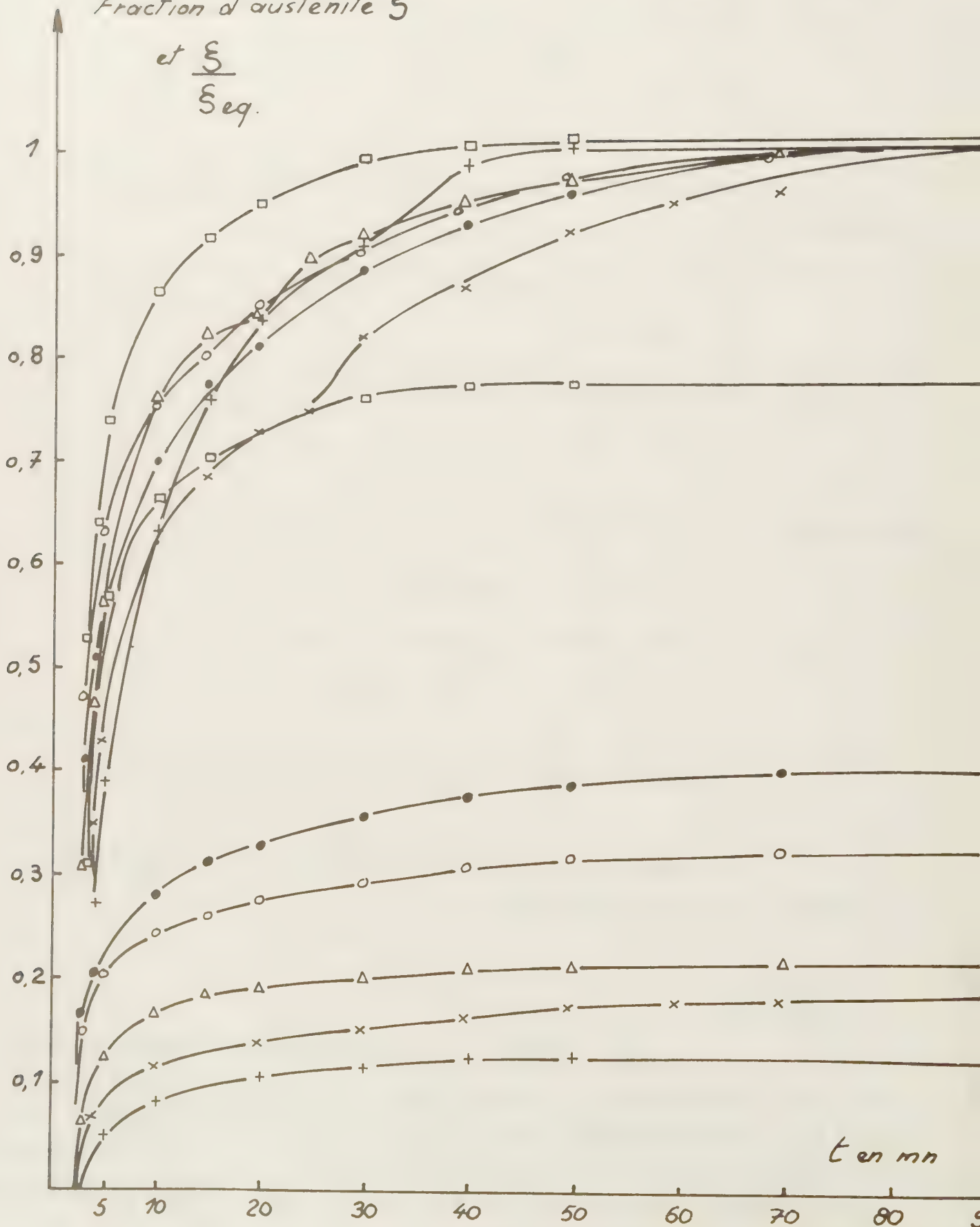
Essai isotherme

XC 10

+ 726°C	○ 756°C
× 735°C	● 764°C
△ 742°C	□ 817°C

Fraction d'austénite ξ

et $\frac{\xi}{\xi_{eq}}$



Essai isotherme

XC 18

x 726°C

o 760°C

+ 736°C

• 783°C

△ 750°C

Fraction d'austénite ξ

et $\frac{\xi}{\xi_{eq}}$

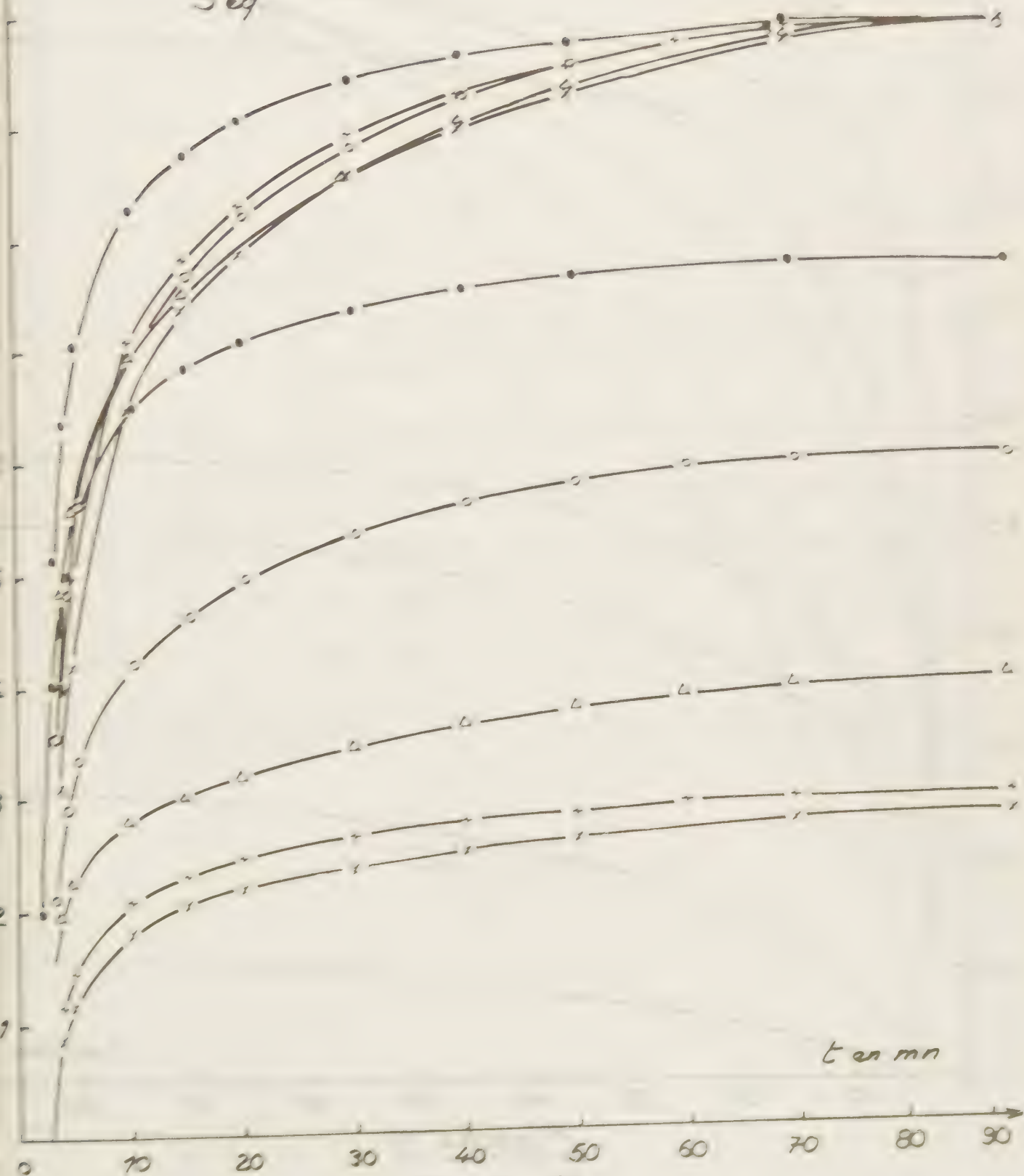


Planche 13

Essai isotherme

10 NC 6

x 726°C o 750°C
 + 712°C • 770°C
 Δ 746°C

Fraction d'austénite ξ

et $\frac{S}{S_{\text{eq}}}$

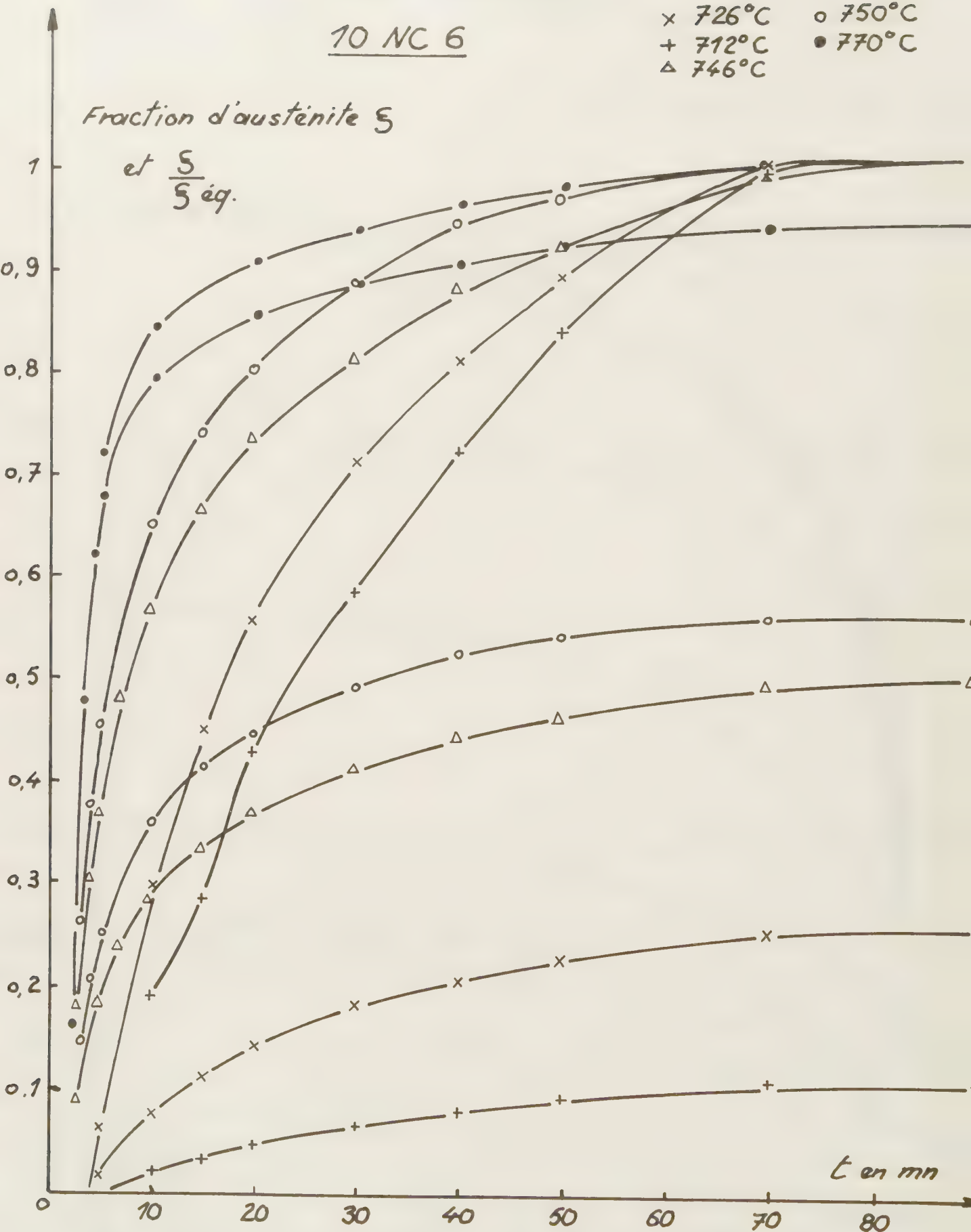


Planche 14

t en min	$\theta = 726$		$\theta = 735$		$\theta = 742$		$\theta = 756$		$\theta = 764$		$\theta = 817$	
	ξ	A	ξ	A	ξ	A	ξ	A	ξ	A	ξ	A
3					6,6		15,5		16,7	0,364	40,4	0,824
4	3,5		6,7		10,1		18,2		20,6	0,568	49,1	0,890
5	5		8,2		12,2		20,8	0,646	22,3	0,636	56,8	0,931
7												
10	8,1		11,9		16,5	0,566	24,8	0,803	28,3	0,808	66,1	0,968
15	9,7		13,1	0,3	17,9	0,705	26,3	0,850	31,3	0,869	70	0,981
20	10,7		14	0,312	18,8	0,784	27,9	0,894	32,8	0,896	72,5	0,988
25			14,32	0,369	19,5	0,841						
30	11,6		15,4	0,543	19,9	0,871	29,6	0,935	35,8	0,942	75,7	0,997
40	12,6	0,206	16,7	0,723	20,7	0,928	31,1	0,968	37,5	0,965	76,6	1
50	12,8	1	17,7	0,843	21,1	0,955	31,9	0,984	38,7	0,980	76,8	1
60	12,8	1	18,2	0,898								1
70		1	18,4	0,919	21,6	0,987	32,5	0,996	40,15	0,997		1
ξ eq.	12,8	1	19,2	1	21,8	1	32,7	1	40,4	1	76,8	1

XC 10

Tableau 1

t en mn	$\theta = 726$		$\theta = 736$		$\theta = 750$		$\theta = 760$		$\theta = 783$	
	ξ	A	ξ	A	ξ	A	ξ	A	ξ	A
3							21,8		40,5	0,625
4	8,7		11,9		19,5		29,8	0,389	50	0,773
5	11,6		14,9		22,4		34,3	0,547	55,2	0,833
7										
10	17,9		21,2		28	0,447	42,8	0,735	65,2	0,920
15	20,4		23,4	0,148	30,3	0,582	46,9	0,828	68,7	0,945
20	21,8		24,8	0,383	31,8	0,668	50,25	0,879	71,1	0,961
25										
30	23,8	0,289	26,8	0,657	34,4	0,789	54,1	0,930	73,9	0,977
40	24,9	0,512	27,8	0,795	36,4	0,870	56,9	0,963	75,7	0,987
50	25,8	0,681	28,5	0,880	37,6	0,916	58,6	0,981	76,7	0,993
60			29,4	0,975	38,6	0,951				
70	27,15	0,969	29,6	1	39,6	0,984	60,4	1	78	1
ξ éq.	27,7	1	29,6	1	40,1	1	60,4	1	78	1

XC 18
Tableau 2

$t_{en mn}$	$\theta = 712$		$\theta = 726$		$\theta = 746$		$\theta = 750$		$\theta = 770$	
	ξ	A	ξ	A	ξ	A	ξ	A	ξ	A
3					9	14,7			48,25	
4			0		15,4	21,1			62,5	
5	0	0	1,6		18,5		25,4	0,028	68,2	0,862
7					24,1					
10	2,1		7,6		28,4	0,238	36,3	0,565	79,9	0,935
15	3,15		11,4		33,4	0,501	41,4	0,719		
20	4,7		14,1		36,9	0,642	44,8	0,802	85,9	0,963
25										
30	6,4		18,1		41,3	0,786	49,4	0,896	88,9	0,978
40	7,9		20,6		44,3	0,868	52,6	0,952	91	0,987
50	9,2		22,6		46,9	0,930	54	0,974	92,5	0,993
60										
70	10,9		25,4		49,7	0,99	55,7	1	94,3	1
$\xi_{eq.}$	11		25,4		50,2	1	55,7	1	94,3	1

70 NC 6

Tableau 3

la limite entre les phases (1) et (2) à savoir :

XC 10	-	% γ	lim	$\neq$	12 %
XC 18	-	% γ	lim	$\neq$	23 %
10 NC 6	-	% γ	lim	$\neq$	25 %

En ce qui concerne le 10 NC 6, nous avons tenu compte du carbone équivalent donné par la formule suivante pour déterminer le pourcentage de perlite :

$$C' = C + 0,1 C_r + 0,08 N_i + 0,15 M_n \neq 0,2$$

5.4 - INTERPRETATION DES RESULTATS RELATIFS AUX MAINTIENS ISOTHERMES

5.4.1 - Courbe $\zeta = f(t)$

Sur les enregistrements effectués à des températures proches de AC_1 nous notons un décrochement sur la courbe $\frac{\zeta}{\zeta_{eq}} = f(t)$ correspondant sensiblement au pourcentage des anciennes plages perlitiques. Cela n'est pas surprenant et se raccorde très bien à ce que nous avons mis en évidence dans certains essais en chauffage continu rapide où seul le processus d'austenitisation par diffusion du carbone intervient. Ce phénomène n'apparaît que sur l'XC 10 où le freinage qui se produit quand les plages perlitiques sont totalement transformées est le plus important.

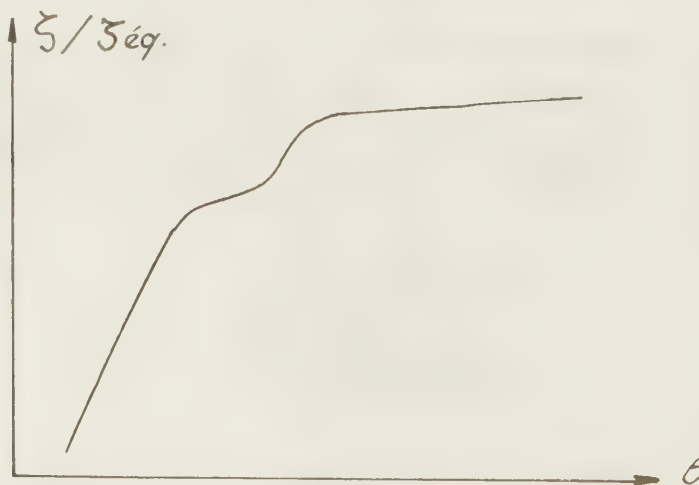


figure 13

Il est intéressant d'autre part de tracer les courbes "d'équitransformation" relative c'est-à-dire les courbes du temps mis pour atteindre

la même valeur de $\frac{5}{t_{eq}}$.

Ces courbes sont données planches (15), (16), (17).

- Pour l'XC 10, les plus fortes vitesses d'approche de l'équilibre sont obtenues d'une part aux basses températures (725°C) où l'austenitisation ne concerne pratiquement que les seules plages perlitiques, et d'autre part, à la température de 750°C. Entre ces deux températures, la courbe des temps passe par un maximum, c'est-à-dire que la vitesse d'approche de l'équilibre est minimale.
- Dans le cas de l'XC 18, la première partie de la courbe concernant l'austenitisation des plages perlitiques est absente, le phénomène étant trop rapide pour être observé.
- En ce qui concerne le 10 NC 6 enfin, la présence des éléments d'addition transforme le minimum en cas un simple point d'inflexion.

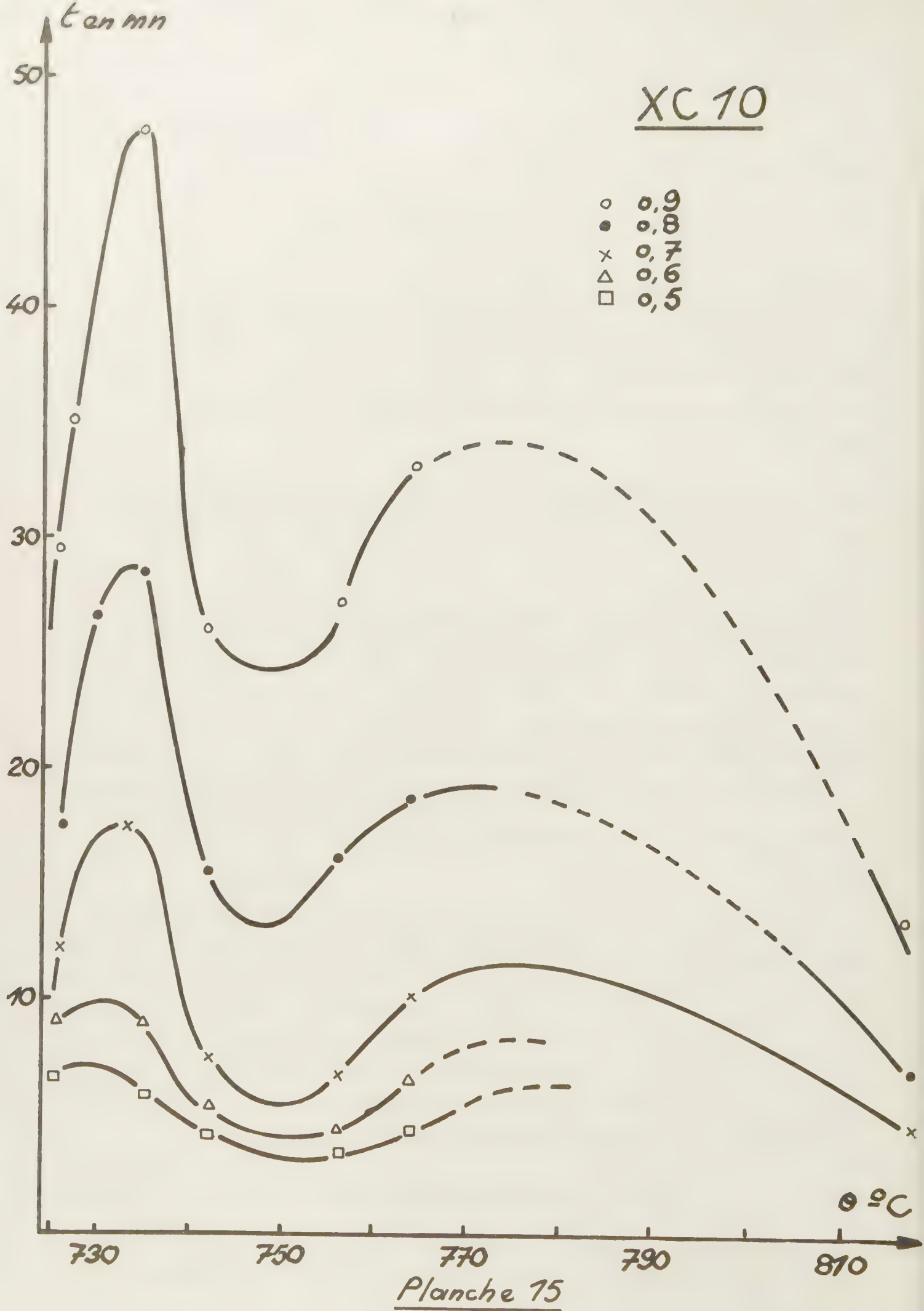
5.4.2 - Courbes $\text{efc}^{-1}(A) = f\left(\frac{1}{T}\right)$

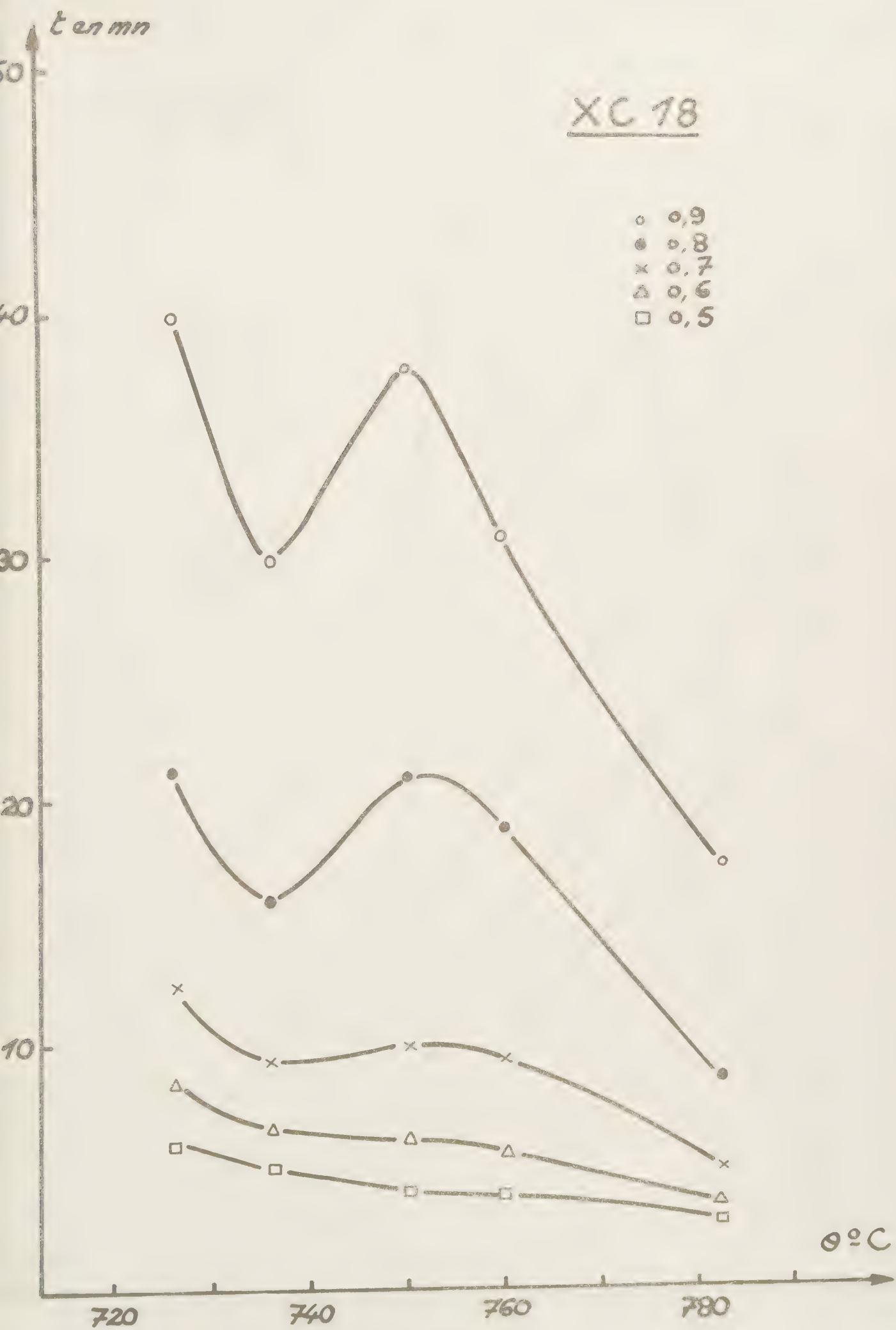
Ce sont des droites si la théorie que nous avons exposée précédemment s'applique. Les planches (18) (19) (20) montrent qu'il en est bien ainsi.

On constate que d'une façon générale les temps sont majorés, ce qui se traduit par une tendance des courbes à se redresser vers les $\frac{1}{t}$ croissants. Cela est particulièrement sensible pour les faibles valeurs de t . Ce phénomène est dû au décalage initial de 0. Le temps $t = 0$ a été pris à l'instant où l'éprouvette atteint la température $\theta = 700^\circ\text{C}$. Cette température n'est pas le début de l'austénitisation. Il y a donc un décalage de 3 à 4 mn entre l'origine théorique (instant où la première particule de phase transformée apparaît) et l'origine que nous nous sommes fixés. Cela est d'autant plus sensible que t est faible.

Un rapide calcul d'erreur donne l'ordre de grandeur de la précision :

$$\text{Soit } A = \frac{1}{\sqrt{t}}$$







XC 10

- + 735°C
- 742°C
- 747.7°C
- △ 756°C
- 817°C



Planche 18

$\sigma \cdot f_c \cdot t(A)$

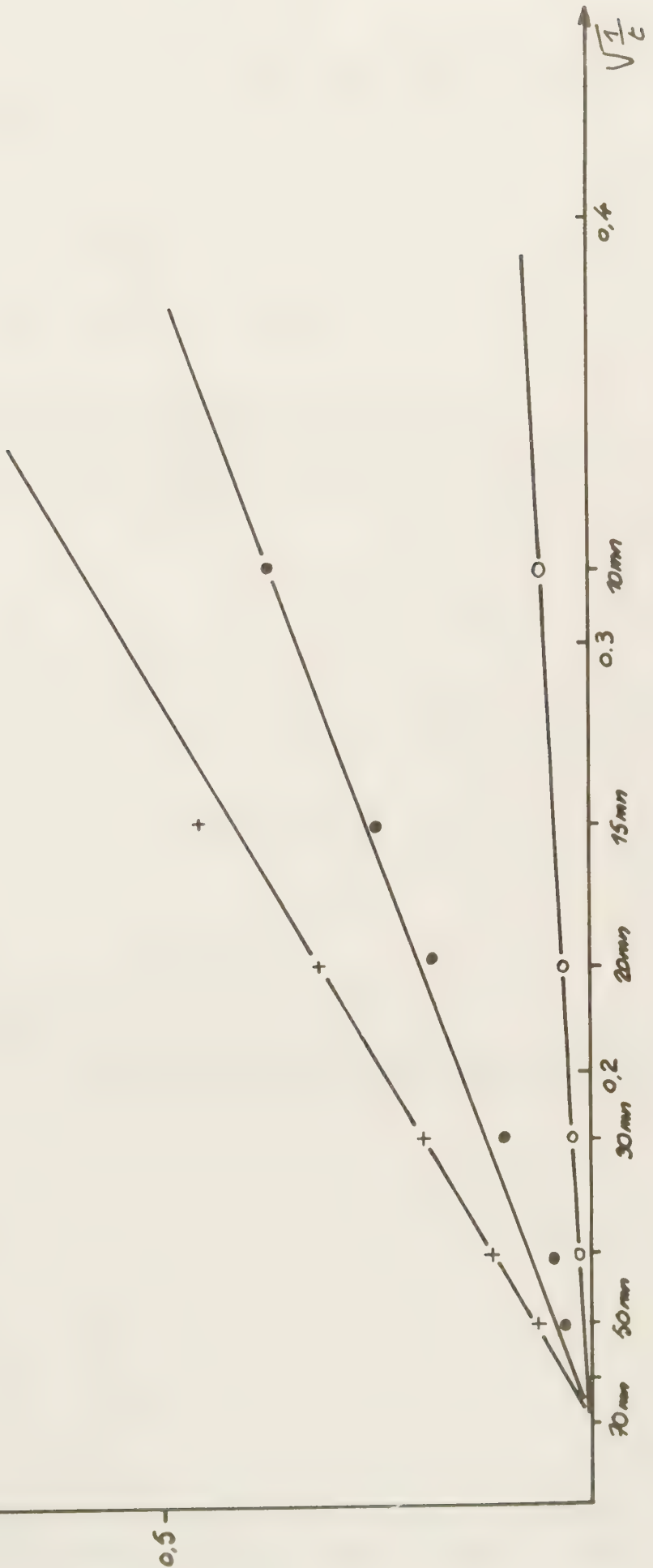


$\text{erfc}^{-1}(A)$

10 NC 6

+ 746°C
• 750°C
○ 770°C

Planche 20



$$\frac{\Delta A}{A} = \frac{1}{2} \frac{\Delta t}{t^{3/2}}$$

$$\text{Soit pour } t = 5 \text{ mn} \pm 3 \text{ mn} : \frac{\Delta A}{A} = 13 \%$$

$$t = 10 \text{ mn} \pm 3 \text{ mn} : \frac{\Delta A}{A} = 4 \%$$

$$\frac{\Delta A}{A} = 0,1 \%$$

Etant donné la faible incidence de ce décalage d'origine sur les résultats dès qu'on atteint des temps de l'ordre de 10 mn, nous n'avons pas jugé utile d'effectuer une quelconque correction, correction qui n'aurait pu être que très approximative.

5.4.3 - Courbes $\log(\operatorname{erfc}^{-1} A) = f\left(\frac{1}{T}\right)$

Il suffit de se fixer une durée de temps unitaire t_0 et de calculer la température correspondant à un certain nombre de valeurs de A. On trace ensuite directement la courbe $\log \operatorname{erfc}^{-1} A$ en fonction de $\frac{1}{T}$.

Pratiquement, nous avons effectué le calcul pour un certain nombre de valeurs de t_0 : 10 mn, 15 mn, etc... Les courbes qui s'en déduisent sont parallèles entre elles.

Dans le but d'améliorer la précision, nous avons préalablement tracé les courbes $\theta = f(\operatorname{erfc}^{-1} A)$ et, à partir de ces courbes, fait des interpolations entre les points mesurés. Ces courbes sont données planches (21), (22), (23).

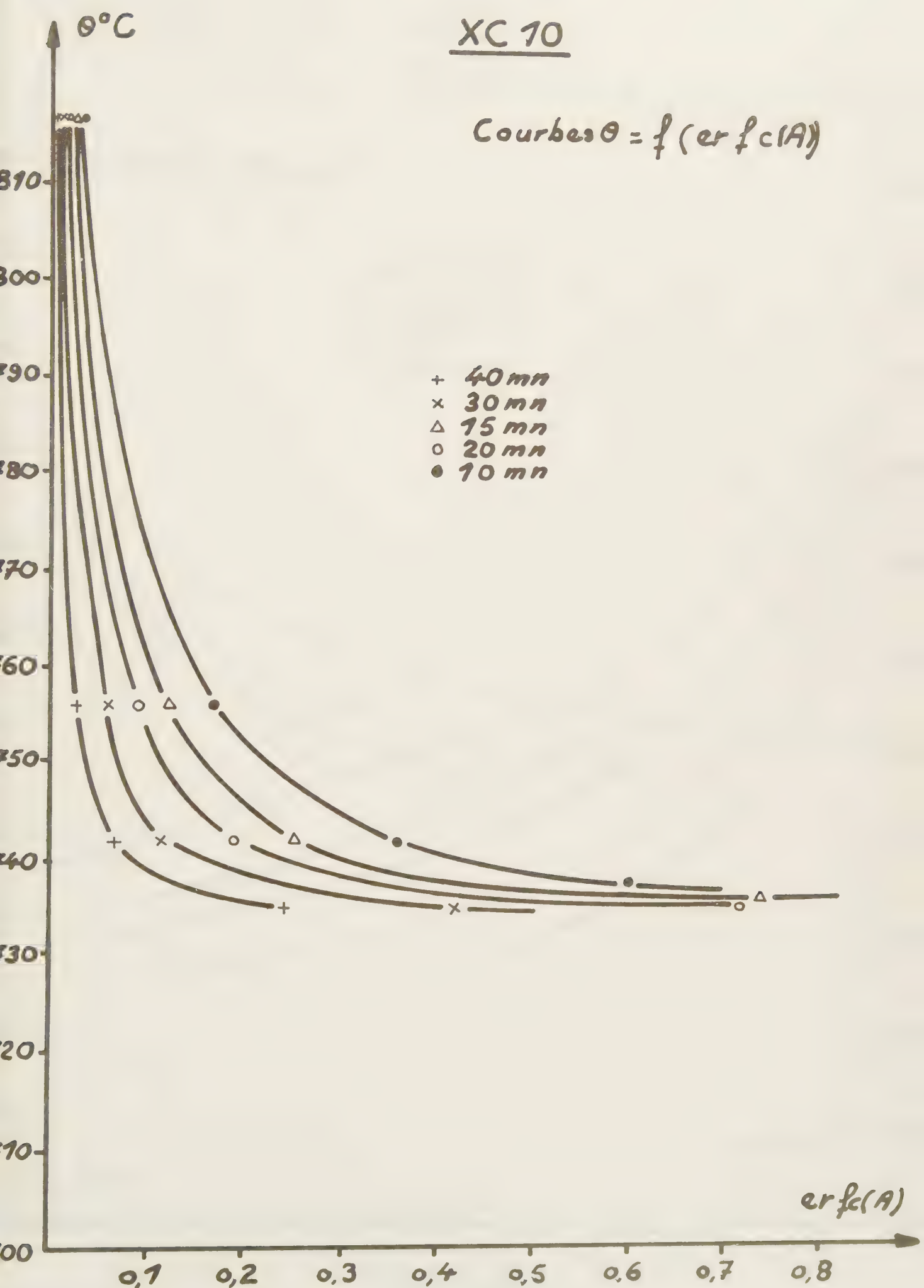
Les courbes $\log \operatorname{erfc}^{-1} A = f\left(\frac{1}{T}\right)$ sont données planches (24), (25), (26).

La pente de ces droites permet de calculer l'énergie d'activation du phénomène. Ces chaleurs sont données dans le tableau suivant.

	Q_1 en J/mole	Q_2 en J/mole
XC 10	$1,25 \cdot 10^6$	$0,25 \cdot 10^6$
XC 18	-	$0,44 \cdot 10^6$
10 NC 6	-	$0,69 \cdot 10^6$

XC 10

Courbes $\theta = f(\text{erfc}(A))$



XC 18

Courbes $\theta = f(\operatorname{erfc}(A))$

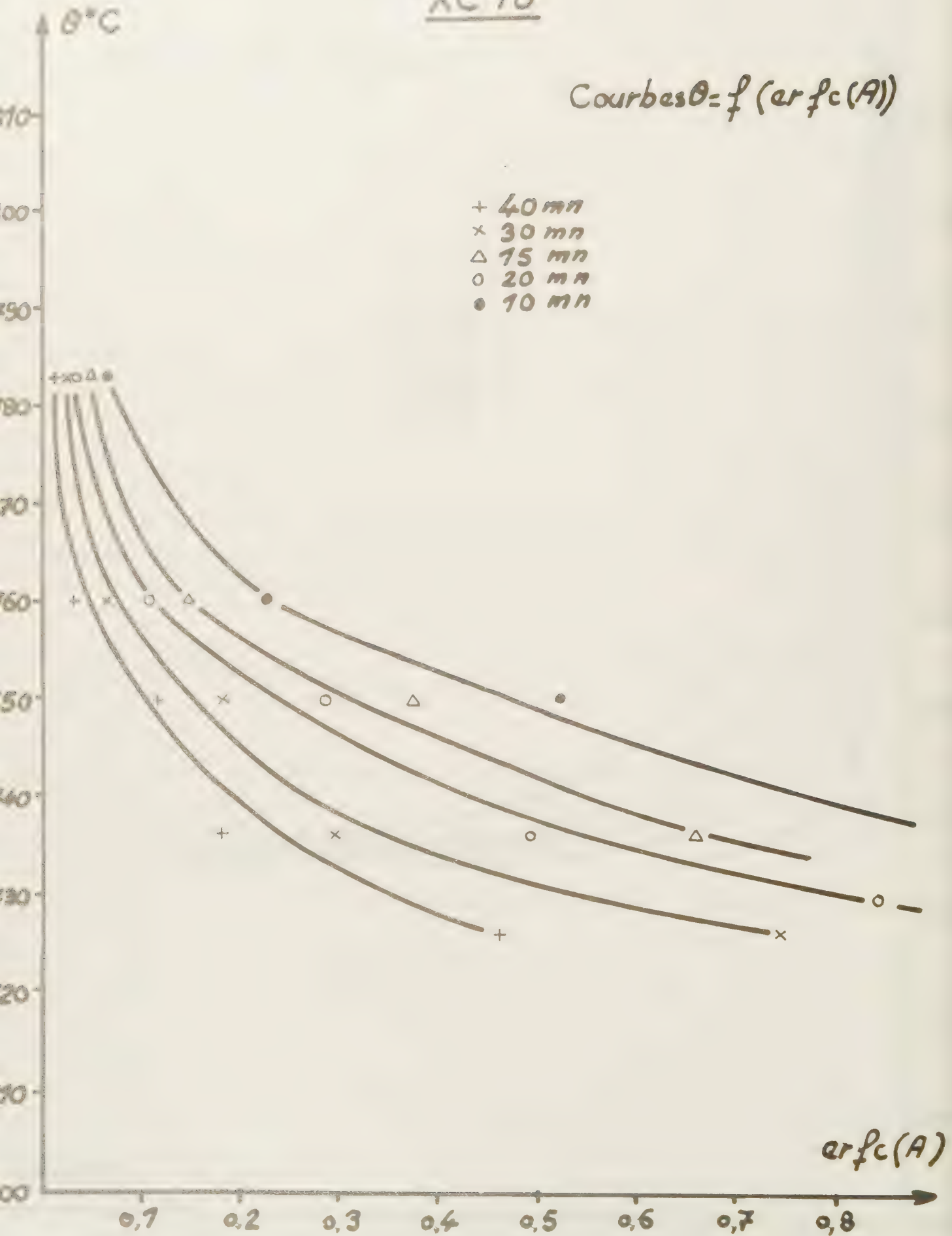


Planche 22

10 NC 6

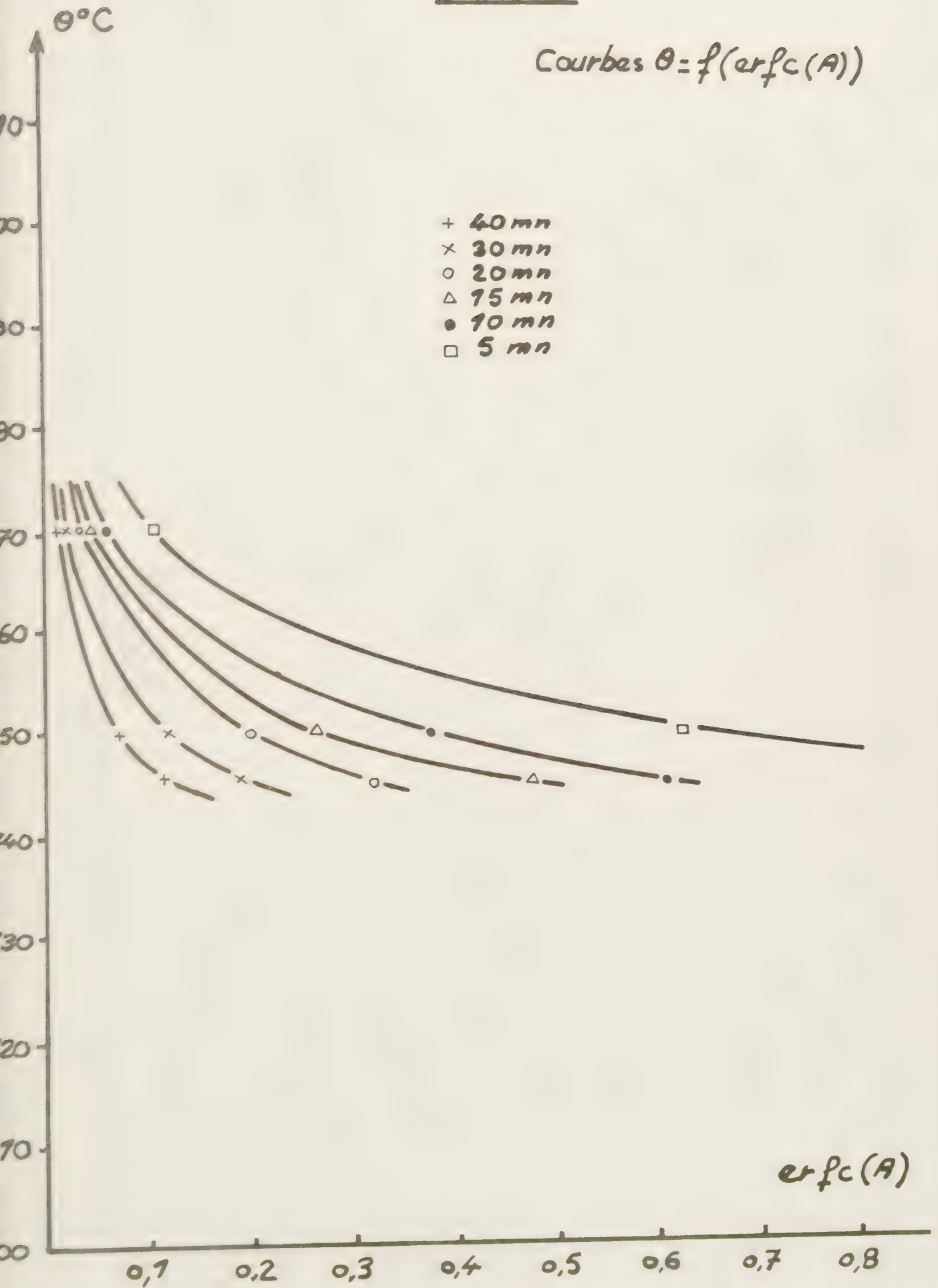
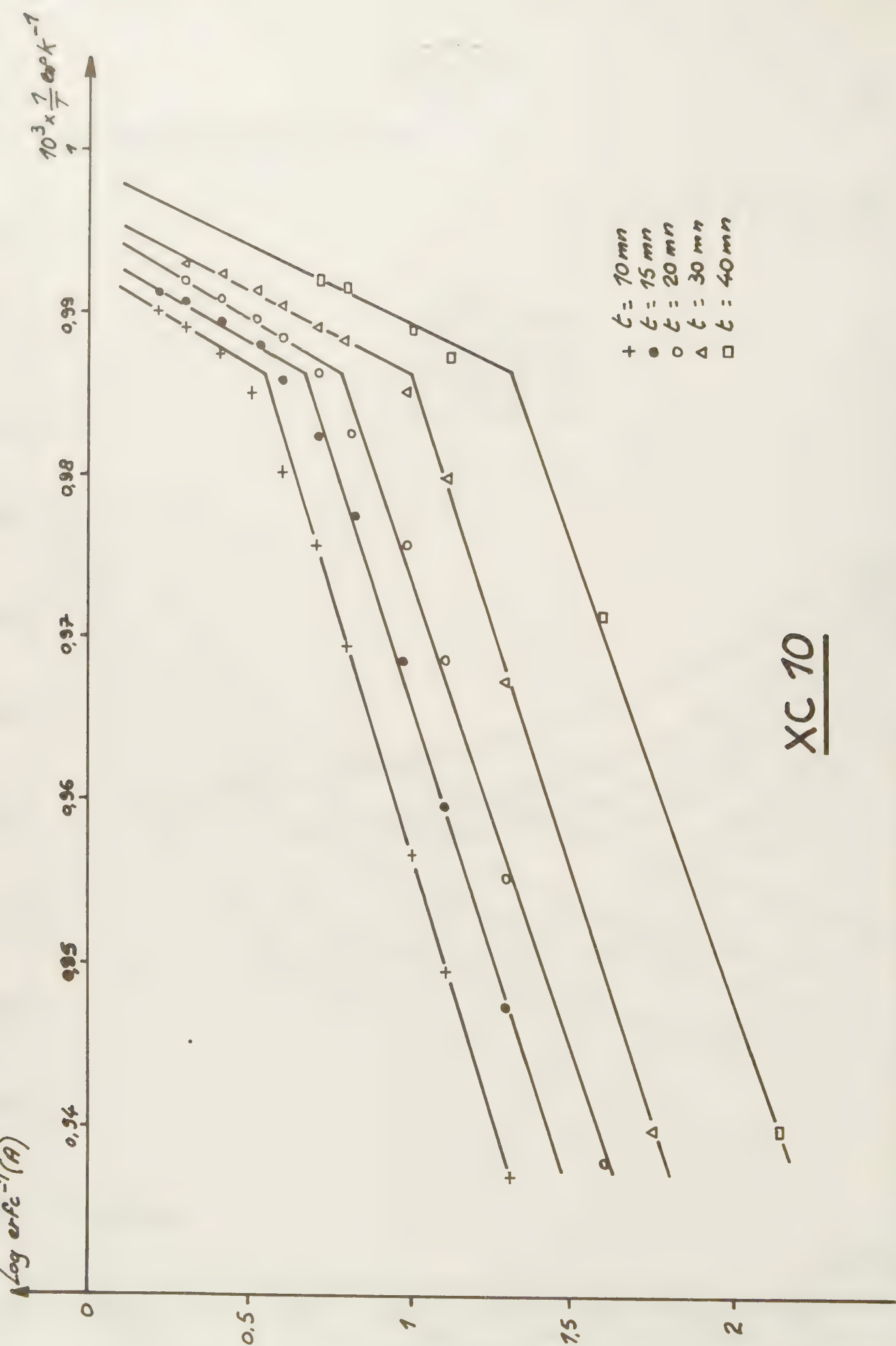
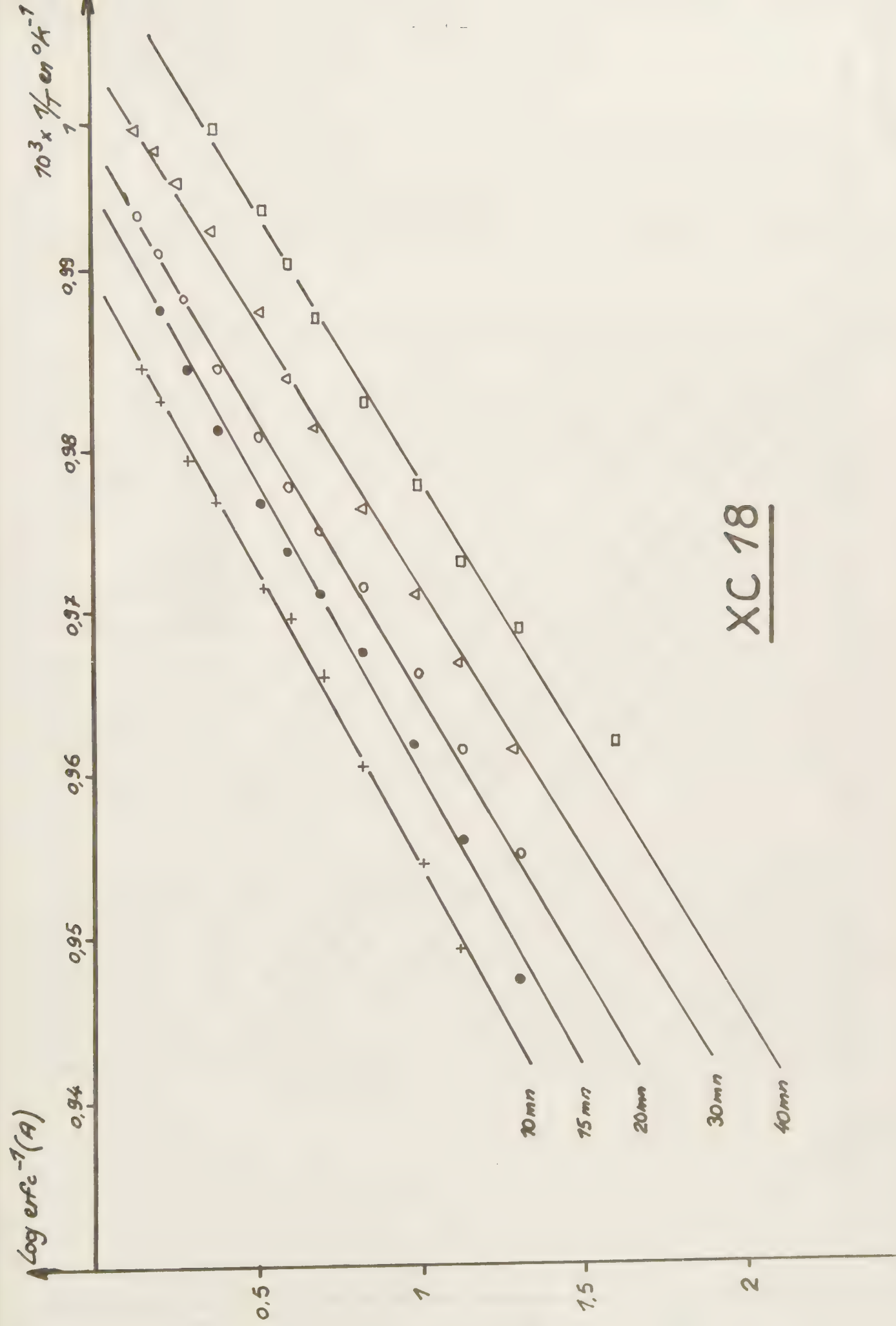


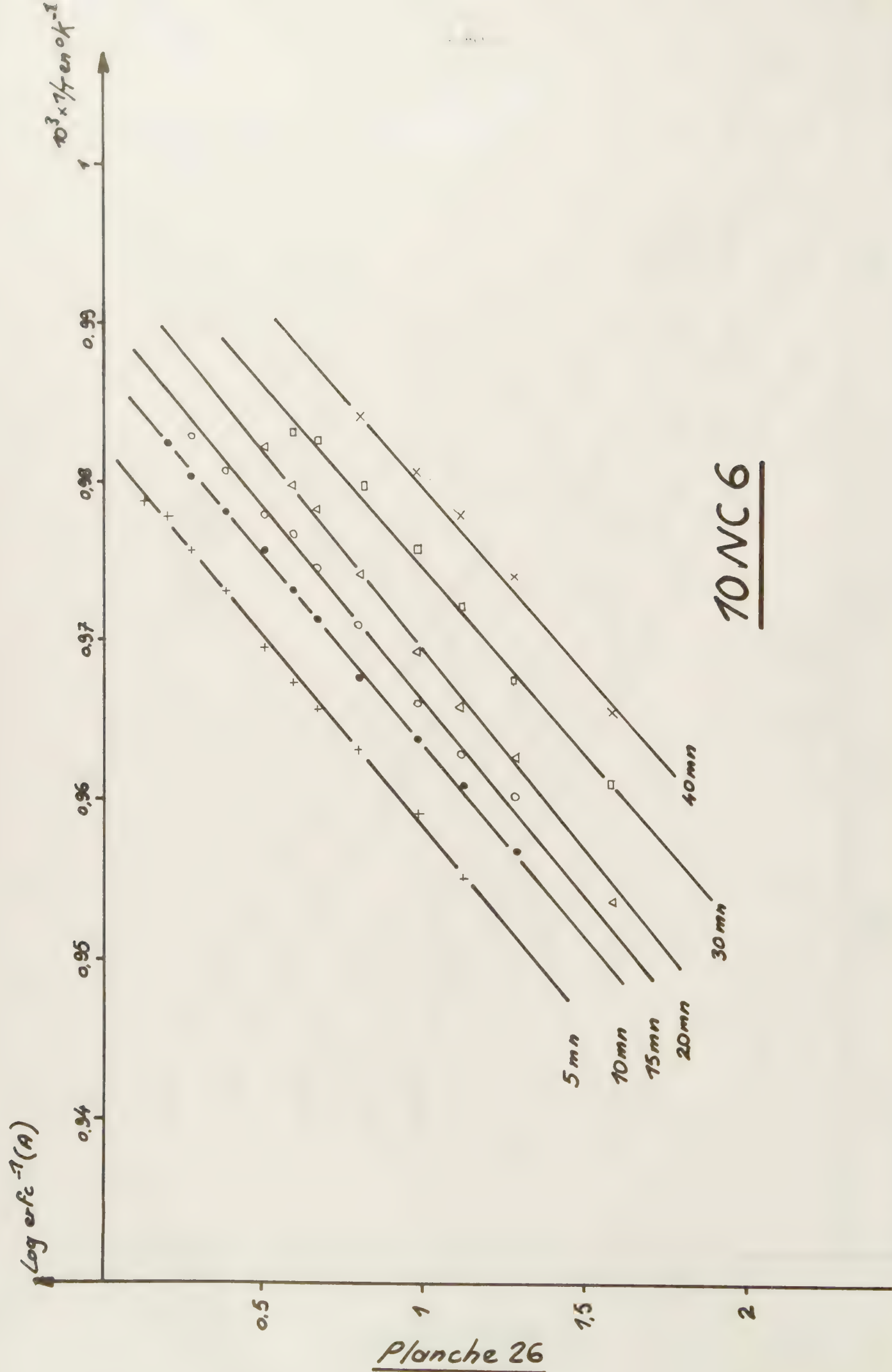
Planche 23



XC 10



XC 18



Il est impossible de relier ces énergies d'activation à des énergies d'activation de phénomènes élémentaires étant donné la complexité de la cinétique de l'austenitisation.

Nous pouvons cependant faire les remarques suivantes :

- XC 10 : existence de deux énergies d'activation dans le rapport de 1 à 5, la température de transition entre les deux étant 740°C. Il semble que le blocage du joint de grain se produise quand on introduit en dessous de 740°C et soit responsable de la forte énergie d'activation nécessaire pour l'austenitisation.

- Comparaison 10 NC 6 - XC 10 : on ne note qu'une énergie d'activation dans le cas du 10 NC 6, ce qui tend à démontrer que le blocage du joint de grain ne se produit pas dans la gamme de températures d'introduction utilisées. Cette énergie d'activation est à rapprocher de la deuxième de l'XC 10. Elle est beaucoup plus élevée, ce qui peut s'interpréter de la manière suivante : l'énergie d'activation mesurée étant une énergie globale, dans le 10 NC 6, la formation d'austénite est contrôlée non seulement par la diffusion de carbone mais aussi par celle des éléments d'addition. Ce que nous mesurons est une moyenne de ces énergies d'activations élémentaires.

- Comparaison XC 10 - XC 18 : on ne note également qu'une énergie d'activation sur l'XC 18. Nous concluons donc qu'il n'y a pas de blocage dû au joint de grain. La différence que nous constatons entre la deuxième énergie d'activation de l'XC 10 et l'XC 18 semble assez significative. Pour conclure, les énergies d'activations, en l'absence d'effet de joint, sont croissantes avec la teneur en carbone. Cela montre, qu'en maintien isotherme, aux températures que nous avons utilisées, l'austenitisation est contrôlée par la diffusion du carbone.

CONCLUSION

Le but de cette étude était essentiellement la mise au point d'une technique originale d'étude de l'austenitisation au moyen d'un dilatomètre absolu. A partir des résultats fournis par les courbes dilatométriques $\Delta l = f(\theta)$ ou $\Delta l = f(t)$, nous avons mis au point une méthodologie de calcul se prêtant bien à un dépouillement relativement simple au moyen d'un ordinateur.

Elle nous a permis, outre le tracé des courbes $\zeta = f(\theta)$ de tracer $\frac{d\zeta}{d\theta} = f'(\theta)$, courbe représentative de la vitesse de la transformation austénitique. Cette dernière courbe donne, nous semble-t-il, une très bonne représentation des processus de l'austenitisation.

L'application de cette méthode à l'étude des courbes d'austenitisation en chauffage à vitesse constante nous a permis de dégager les points suivants.

L'austenitisation semble se dérouler suivant trois processus, contrôlés chacun par des phénomènes différents :

PHASE I : austenitisation des plages perlitiques ; formation d'une austénite contenant 0,8 % de carbone environ. Cette phase doit être contrôlée par les phénomènes suivants :

- décomposition de Fe_3C libérant le carbone,
- ce carbone diffuse dans la ferrite qui se transforme en austénite.

Tout se passe comme dans l'austenitisation des aciers eutectoïdes.

PHASE II : Le processus directeur de cette phase serait la diffusion du carbone dans la ferrite. Elle se dédouble éventuellement en deux, la vitesse de diffusion du carbone pouvant être contrôlée

- soit par la traversée du joint (phase II),
- soit par la vitesse de diffusion du carbone dans la matrice ferritique, l'effet de joint disparaissant (phase II bis).

PHASE III : Cette phase concerne la transformation allotropique directe $\alpha \rightarrow \gamma$.

L'adéquation de ces courbes au moyen de modèles gaussiens donne de bons résultats. Mais d'autres modèles, pour l'une ou l'autre phase, seraient peut-être mieux adaptés.

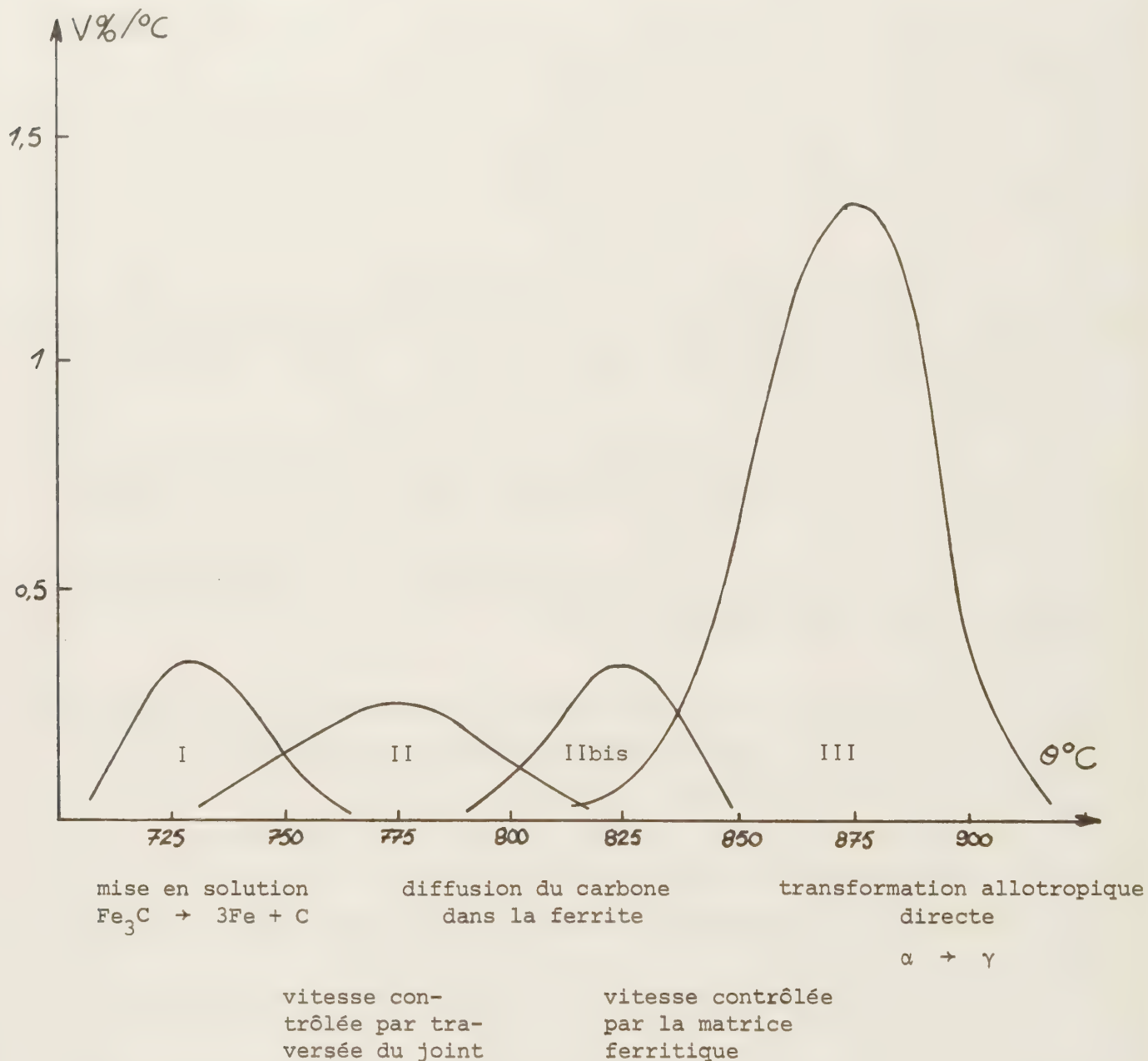


figure 14

Les essais effectués en maintien isotherme nous ont permis de calculer des énergies d'activation qui n'ont qu'une valeur relative mais permettent des comparaisons intéressantes. Bien qu'il soit très difficile de relier les essais isothermes aux essais en chauffage continu, les résultats de ces derniers permettent de tenter d'expliquer l'existence de deux énergies d'activation dans l'austenitisation de l'XC 10 au cours de maintiens isothermes. Etant donné que nous avons pris notre origine une fois la première phase terminée (austenitisation des plages perlitiques, et les températures étudiées excluant une transformation allotropique directe, ces énergies d'activations différentes seraient liées aux phases II et II bis. La phase II : austenitisation contrôlée par la vitesse de traversée du joint de grain, liée à une forte énergie d'activation serait responsable d'un freinage important de la transformation, freinage que nous avons mis en évidence en traçant les courbes $t = f(\theta)$ (temps mis pour atteindre un rapport donné $\frac{\zeta}{\zeta_{eq}}$, en fonction de la température.

En conclusion, les résultats obtenus, bien qu'incomplets se révèlent très prometteurs. Il serait intéressant d'effectuer une étude plus exhaustive de l'austenitisation au moyen de la méthode que nous avons mis au point, et plus particulièrement, sur les points suivants :

- influence de l'état initial (grosseur du grain, nature du joint, forme de la cémentite) ;
- influence du programme d'échauffement ;
- influence des éléments d'addition.

Il serait également intéressant de transposer cette méthode à l'étude de la décomposition de l'austénite pour obtenir un tracé rapide et précis des diagrammes TTT ou TRC.

B I B L I O G R A P H I E

- |1| CIZERON
Techniques de l'Ingénieur - chapitre Dilatométrie (p. 870).
- |2| V.D. SADOVSKII - G.N. BOGACHEVA - B.K. SOKOLOV
Structural mechanism of phase transformation which occur during heating of steel.
The Phys. Met. Metal - Vol. 14 - 1962
- |3| C. LEYMONIE
Contribution à l'étude de la formation de l'austenite. Cas de l'acier 15 CD V 6.
Mem. Scient. rev. de Métal. , n°4 - 1967
- |4| A. E. NEHRENBURG
The growth of austenite as related to prior structure.
Trans. AIME - Vol. 188 - 1950
- |5| V.D. GRIDNEV
The mechanism of formation of austenite during rapid heating of carbon steel
The Phys. of Met. Metal - Vol. 18 - 1964
- |6| E.C. BAIN - H.W. PAXTON
Les éléments d'addition dans l'acier
Dunod 1968
- |7| F. GOBIN
Essai d'interprétation de la trempe de l'acier
Annales de l'E.N.S.M 1973
- |8| A. DE SY ET J. VIDTS
Traité de métallurgie structurale
Dunod 1968
- |9| C. BOUCHY
Contribution à l'étude des cinétiques des transformations des phases au cours de l'austenitisation (Thèse - Université de NANTES 1 - 1967).
- |10| S.F.A.C
Contrat d'étude D.G.R.S.T 1970
- |11| S.F.A.C
Etude de traitements intercritiques dans les aciers hypoeutectoïdes
Note technique 1970
- |12| G. BERGER
Dilatométrie différentielle
Dunod 1965

- |13| S.F.A.C
C.R. d'étude - 1969
- |14| A. FICK
Über diffusion
Pogg. ann - Vol 94 - 1855
- |15| PH. DOR ET M. TOITOT
Equivalence d'effet du temps et de la température de cycles thermiques
Mem. scient. de la rev. de Métal. - n° 12 - 1966
- |16| BURCK
La cinétique des changements de phase dans les métaux
Masson 1968
- |17| ADDA ET PHILLIBERT
La diffusion dans les solides
Bibliothèque des Sciences et Techniques nucléaires
Presses Universitaires de France - 1966
- |18| R.J BORG - C.E BIRCHENALL
Self-diffusion in α -iron.
Trans. AIME 218 - 1960
- |19| R.J BORG - D.Y. LAI
The diffusion of gold, nickel and cobalt in α -iron : a study of the
effect of ferromagnetism upon diffusion
Acta. Met. 11 - n° 8 - 1963

=====

